



# Modernització d'un equip de DTA per a mesures d'estabilitat tèrmica de polímers

PROJECTE FINAL DE CARRERA

Enginyeria de Materials

Autor: Felipe Pérez Garcia

Directors: Dr. Santiago Suriñach Cornet  
Dr. Pau Solsona Mateos

Febrer 2009

Els sotasignants, en Pau Solsona Mateos i en Santiago Suriñach i Cornet, fan constar que han fet el seguiment des dels seus inicis, mitjançant tutories, del projecte de fi de carrera concloent a la titulació d'Enginyeria de Materials amb el títol:

**"Modernització d'un equip de DTA per a mesures d'estabilitat tèrmica de polímers"**  
de l'alumne **Felipe Pérez Garcia**.

Al mateix temps, considerant que és apte, autoritzen la seva presentació i posterior defensa.

I per que així consti, signen la present, a Cerdanyola del Vallès, a 2 de febrer de 2009.

  
Pau Solsona

  
Santiago Suriñach

## RESUM

Els equips d'anàlisi tèrmica permeten analitzar el comportament dels materials exposats a canvis de temperatura, observant canvis d'estructura característics a determinades temperatures.

L'objectiu del present projecte ha estat modernitzar un equip d'anàlisi tèrmica diferencial (DTA) realitzant un programa informàtic mitjançant Labview per programar un controlador PID Eurotherm model 3216 d'un forn NETZSCH 6.231.0 i adquisició de dades mitjançant targeta NI-9211. S'ha comprovat que el programa informàtic funciona correctament realitzant assaigs d'anàlisi tèrmic diferencial d'alguns polímers.

L'equip d'anàlisi tèrmica diferencial permet treballar a baixa temperatura, en un rang que va des de la temperatura del nitrogen líquid de  $-195,8^{\circ}\text{C}$  fins als  $300^{\circ}\text{C}$ , aplicable a l'estudi de polímers.

El programa informàtic creat permet programar les rampes de temperatura, temperatures límit de seguretat, alarmes, tipus de termoparell, etc del controlador PID que controla la potència del forn. El programa permet definir els canals, tipus de termoparells i rangs de temperatura de la targeta adquiridora de dades. També permet calibrar el forn i definir la línia base dels assaigs que es realitzin. També realitza les gràfiques i les dades de cada un dels paràmetres mesurats. Les dades del assaig el programa les grava en un arxiu informàtic, que posteriorment l'usuari pot recuperar per realitzar els càlculs o gràfics que consideri convenients.

El programa i cada un dels equips descrits anteriorment s'han implementat en el laboratori, s'ha calibrat el sistema i s'han realitzat varis assaigs experimentals comprovant el seu correcte funcionament. S'han repetit els assaigs per comprovar la reproduïbilitat i s'han comparat els resultats amb gràfics realitzats amb altres equips comprovant la correlació dels resultats obtinguts. Es fa constar que no és objectiu d'aquest projecte optimitzar la senyal ni l'estudi de propietats de les mostres assajades sinó comprovar el correcte funcionament del programa informàtic creat per controlar el forn i adquirir dades, el qual s'ha assolit satisfactòriament.

# ÍNDEX

<b>RESUM .....</b>	<b>2</b>
<b>1. INTRODUCCIÓ .....</b>	<b>4</b>
<b>2. EQUIP D'ANÀLISI TÈRMICA .....</b>	<b>5</b>
2.1. <i>Fonaments teòrics</i> .....	5
2.2. <i>Diferents tipus d'anàlisi tèrmic diferencial</i> .....	8
2.2.1. <i>DTA d'alta temperatura..</i> .....	9
2.2.2. <i>DTA de baixa temperatura</i> .....	9
2.3. <i>Característiques dels polímers</i> .....	9
<b>3. SISTEMA D'ADQUISICIÓ DE DADES .....</b>	<b>12</b>
3.1. <i>Sistema de mesura (Termoparells)</i> .....	12
3.2. <i>Temperatura del forn i el seu control</i> .....	14
3.3. <i>Adquisició de temperatures DTA mitjançant la targeta NI-9211</i> .....	15
<b>4. IMPLEMENTACIÓ DE L'EQUIP DE DTA DE BAIXA TEMPERATURA.</b>	<b>16</b>
4.1. <i>Descripció de l'equip i connexions</i> ....	16
4.2. <i>Calibració del controlador determinant els valors PID</i> .....	23
4.3. <i>Calibració de la temperatura del forn</i> .....	24
4.4. <i>Línia base i la seva calibració</i> .....	26
<b>5. REALITZACIÓ DEL PROGRAMA INFORMÀTIC .....</b>	<b>30</b>
5.1. <i>Descripció del software utilitzat</i> .....	30
5.2. <i>Descripció de llenguatge de programació LABVIEW.</i> .....	30
5.3. <i>Programació d'un fitxer per gravar les dades de l'usuari i les de l'assaig.</i> .....	33
5.4. <i>Programació de l'adquisició de senyal mitjançant la targeta adquiridora de dades</i> .....	35
5.5. <i>Programació del controlador PID</i> .....	37
5.6. <i>Gràfiques</i> .....	40
<b>6. EXPERIÈNCIES AMB POLÍMERS .....</b>	<b>41</b>
6.1. <i>Procediment dels assaigs</i> .....	41
6.2. <i>Resultats</i> .....	42
6.2.1. <i>Polímer 076-2</i> .....	42
6.2.2. <i>Polímer V-2</i> .....	49
6.2.3. <i>Polímer N-1</i> .....	56
<b>7. CONCLUSIONS .....</b>	<b>63</b>
<b>8. REFERÈNCIES BIBLIOGRÀFIQUES .....</b>	<b>64</b>
<b>9. AGRAÏMENTS .....</b>	<b>65</b>
<b>10. ANNEX</b>	

## 1. INTRODUCCIÓ

Els equips d'anàlisi tèrmica permeten analitzar el comportament dels materials exposats a canvis de temperatura, observant canvis d'estructura característics a determinades temperatures.

L'objectiu del present projecte ha estat modernitzar un equip d'anàlisi tèrmica diferencial (DTA) realitzant un programa informàtic mitjançant Labview per programar un controlador PID Eurotherm model 3216 d'un forn NETZSCH 6.231.0 i adquisició de dades mitjançant targeta NI-9211. S'ha comprovat que el programa informàtic funciona correctament realitzant assaigs d'anàlisi tèrmic diferencial d'alguns polímers.

L'equip d'anàlisi tèrmica diferencial permet treballar a baixa temperatura, en un rang que va des de la temperatura del nitrogen líquid de  $-195,8^{\circ}\text{C}$  fins als  $300^{\circ}\text{C}$ , aplicable a l'estudi de polímers.

El programa informàtic permet programar les rampes de temperatura, temperatures límit de seguretat, alarmes, tipus de termoparell, etc del controlador PID que controla la potència del forn.

El programa permet definir els canals, tipus de termoparells i rangs de temperatura de la targeta adquiridora de dades.

El programa permet calibrar el forn i definir la línia base dels assaigs que es realitzin. També realitza les gràfiques i les dades de cada un dels paràmetres mesurats. Les dades del assaig el programa les grava en un arxiu informàtic, que posteriorment l'usuari pot recuperar per realitzar els càlculs o gràfics que consideri convenients.

El programa i cada un dels equips descrits anteriorment s'han implementat en el laboratori, s'ha calibrat el sistema i s'han realitzat varis assaigs experimentals comprovant el seu correcte funcionament. S'han repetit els assaigs per comprovar la reproducibilitat i s'han comparat els resultats amb gràfics realitzats amb altres equips comprovant la correlació dels resultats obtinguts. Es fa constar que no és objectiu d'aquest projecte optimitzar la senyal ni l'estudi de propietats de les mostres assajades sinó comprovar el correcte funcionament del programa informàtic creat per controlar el forn i adquirir dades, el qual s'ha assolit satisfactòriament.

## 2. EQUIPS D'ANÀLISI TÈRMICA

### 2.1 Fonaments teòrics

Un anàlisi tèrmic compren l'estudi de la evolució de les propietats d'una mostra o compost quan és sotmès a un escalfament.

Hi ha moltes tècniques d'anàlisi tèrmica, cada una analitza una propietat determinada tal i com mostra la següent taula:

<i>Propiedad</i>	<i>Técnica</i>	<i>Abreviación</i>
<i>Masa</i>	Termogravimetria	TG
<i>Temperatura</i>	Análisis Térmico Diferencial	DTA
<i>Entalpía</i>	Calorimetría Diferencial de Barrido	DSC
<i>Dimensiones</i>	Termodilatometria	
<i>Propiedades mecánicas</i>	Análisis Termomecánico	TMA
<i>Propiedades ópticas</i>	Termomicroscopia	
<i>Propiedades magnéticas</i>	Termomagnetometria	TM
<i>Propiedades eléctricas</i>	Termoelectrometria	
<i>Propiedades acústicas</i>	Termosonometria	TS
<i>Evolución de gas radioactivo</i>	Análisis Térmico de Emanación	ETA
<i>Evolución de partículas</i>	Análisis de Termopartículas	TPA

Taula 1.- Principals tècniques d'anàlisi tèrmic.

El present projecte utilitza la tècnica d'anàlisi tèrmic diferencial (DTA). Aquesta tècnica mesura la diferència de temperatura entre una mostra i un material de referència, ambdós sotmesos al mateix procés de calentament.

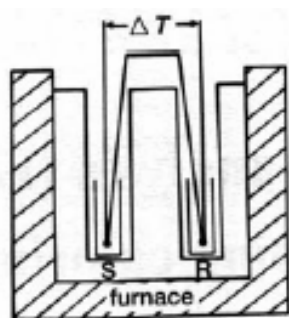


Figura 1.- Esquema de DTA.

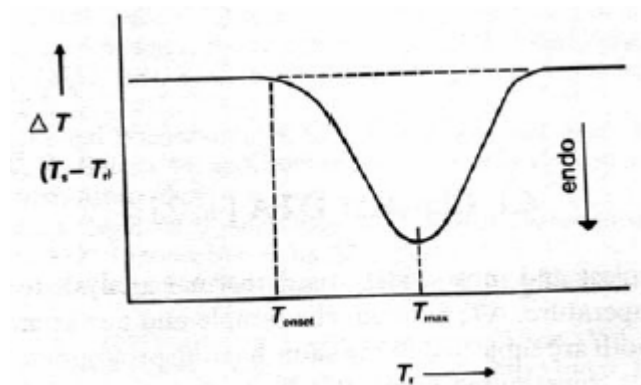


Figura 2.- Gràfic típic de DTA que determina una temperatura de canvi d'estructura de la mostra.

- Procés endotèrmic: La temperatura de la mostra pateix un retard respecte a la de la referència, mentre continua el programa de calentament. Per exemple en la fusió d'un polímer. En la corba DTA es representa amb un pic cap amunt.
- Procés exotèrmic: La resposta és en el sentit contrari, és a dir, la temperatura de referència pateix un retard respecte a la de la mostra, mentre continua el programa de calentament. Per exemple en la cristal·lització d'un polímer. En la corba DTA es representa amb un pic cap avall.

En l'estudi de polímers les tècniques DSC i DTA ofereixen informació respecte a les temperatures de canvi d'estructura o estat. Les dues tècniques són molt similars i les corbes que obtenen també.

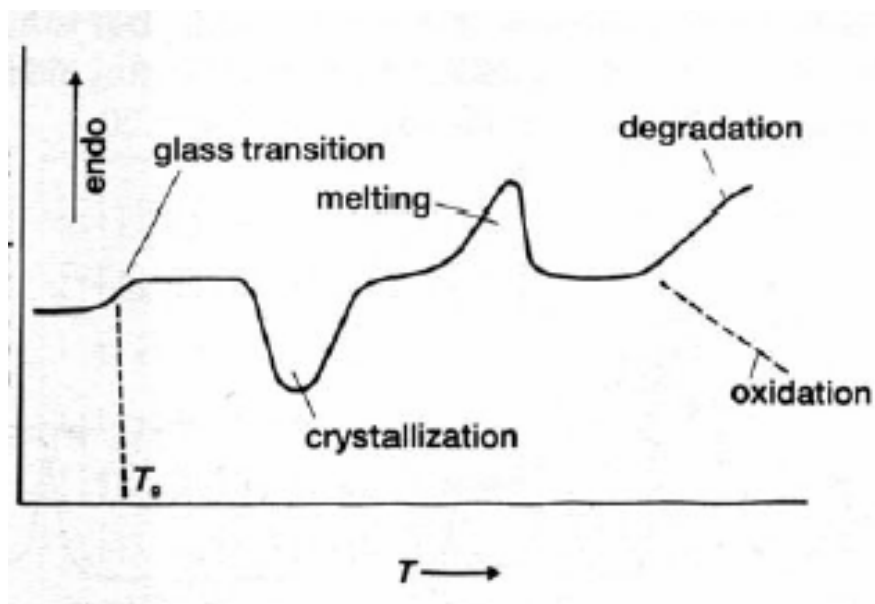


Figura 3.- Corba DTA d'un polímer.

Igualment, aquestes tècniques d'anàlisi tèrmic serveixen per determinar la composició dels diferents polímers que componen un material compost corresponents als pics de fusió de diversos polímers, tal i com es mostra en la següent gràfica:

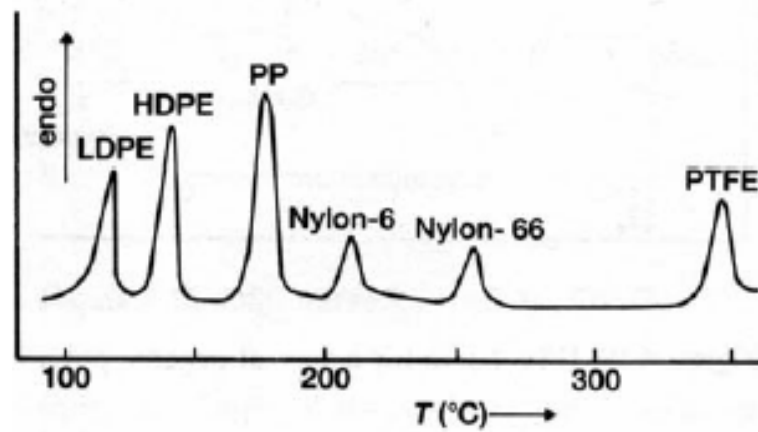
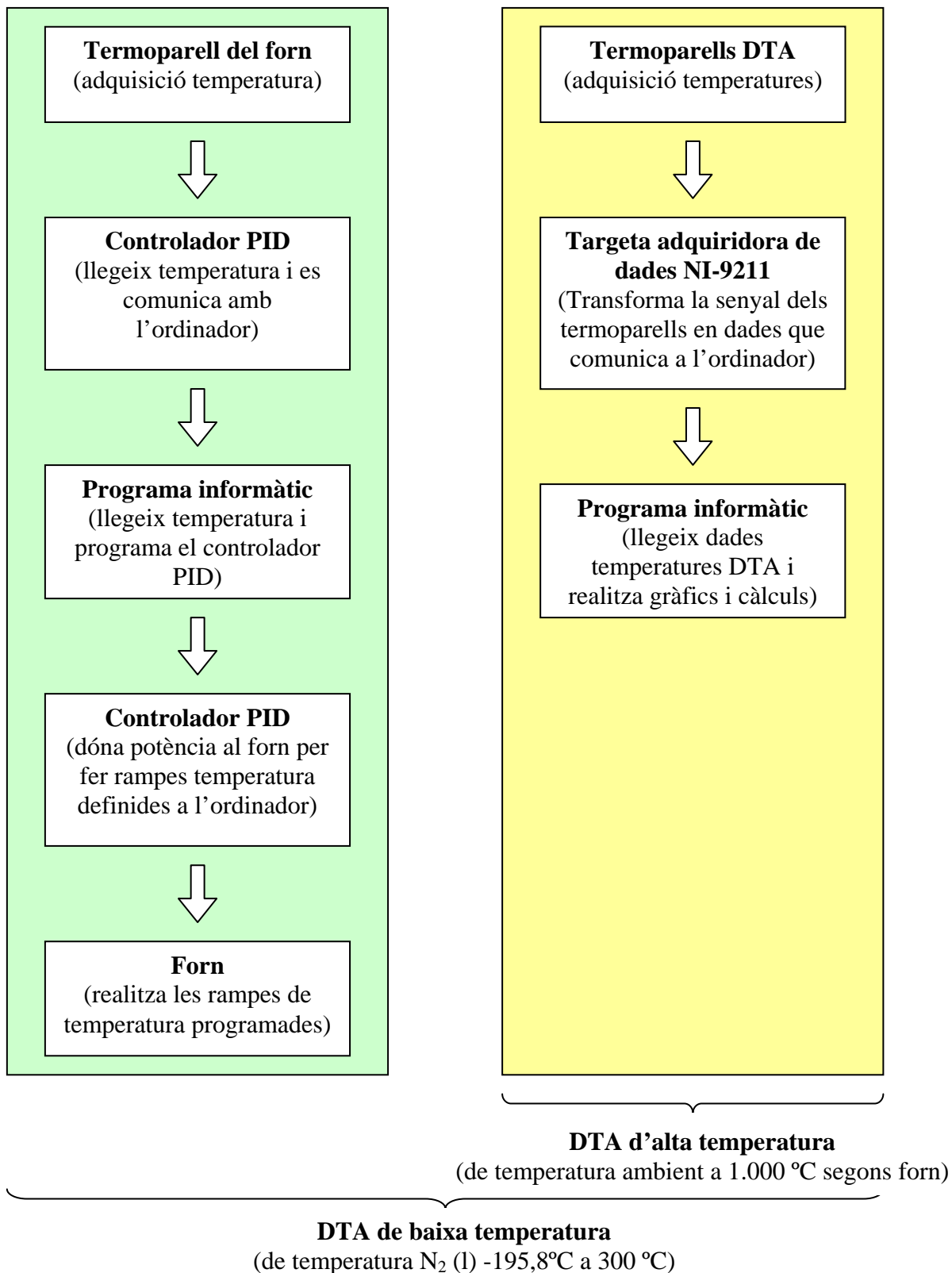


Figura 4.- Corba DTA d'un polímer compost



## 2.2 Diferents tipus d'anàlisi tèrmic diferencial

L'equip es compon de 2 parts segons les dades que adquireix. Una part consisteix en la captació de la temperatura del forn i el seu control, i l'altre part consisteix en l'adquisició de les temperatures del DTA realitzant les gràfiques i càlculs corresponents.



### 2.2.1 DTA d'alta temperatura

Els equips preparats per realitzar assaigs DTA d'alta temperatura disposen d'un forn de grans dimensions i potència, fet que impedeix baixar la temperatura per sota de la temperatura ambient del laboratori. Aquest tipus d'equips són adequats per assajar materials amb temperatures de canvi d'estructura elevades, com per exemple metalls. El fet que hi ha polímers que tenen la temperatura de transició vítria per sota dels 0°C fa que no es pugin assajar en equips DTA d'alta temperatura.

En el present projecte s'han desenvolupat dos programes informàtics per la realització dels assaigs DTA, un per a DTA d'alta temperatura i un altre per DTA de baixa temperatura. El programa informàtic per DTA d'alta temperatura no realitza la programació del controlador PID del forn, atès que els forns d'alta temperatura ja incorporen el seu propi controlador per realitzar rampes de temperatura.

### **2.2.2 DTA de baixa temperatura**

Els equips preparats per realitzar assaigs DTA de baixa temperatura disposen d'un forn petit i de poca potència, fet que facilita la introducció del forn estanc en un recipient amb nitrogen líquid, ampliant d'aquesta manera el rang de temperatures fins els -195,8°C. Aquest tipus d'equips són adequats per assajar materials amb temperatures de canvi d'estructura baixes, inclòs per temperatures sota 0°C com és el cas d'alguns polímers.

Cal tenir present que l'equip ha de tenir un equip de buit per poder treballar a temperatures per sota de 0°C, doncs sinó el vapor es condensaria i afectaria a les mesures.

L'equip implementat en el present projecte disposa d'un forn d'aquestes característiques, el que el fa idoni per assaigs DTA de polímers.

## **2.3 Característiques dels polímers**

Els polímers poden ser amorfs, semicristal·lins o cristal·lins. Cada tipus de polímer té unes temperatures característiques anomenades temperatura de fusió ( $T_m$ ) i temperatura de transició vítria ( $T_g$ ).

La temperatura de fusió ( $T_m$ ) i la de transició vítria ( $T_g$ ) d'un polímer es determina, a partir del gràfic volum específic versus temperatura. Per regla general,  $T_g$  és de l'ordre de  $2/3T_m$  en unitats de temperatura absoluta.

Per als materials cristal·lins apareix un canvi brusc de volum específic a la temperatura de fusió  $T_m$ . En els materials completament amorfs presenten variació continua de volum específic al fondre i una disminució de pendent al refredar i arribar a la temperatura de transició vítria  $T_g$ . Per sota de  $T_g$  el material es considera un sòlid amorf mentre que per sobre de  $T_g$  és un sòlid gomós i després un líquid viscos. Els polímers semicristal·lins ofereixen un comportament intermedi i presenten temperatura de fusió i en algun cas de transició vítria.  $T_m$  i  $T_g$  són propietats característiques de les fases cristal·lina i amorfa.

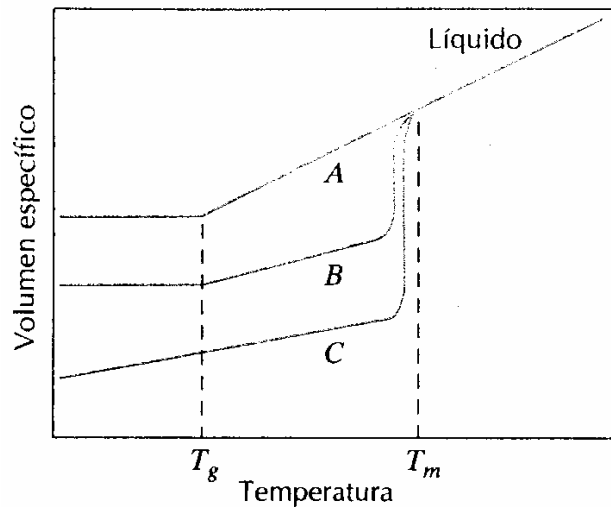


Figura 5.- Fusió i transició vítria de polímers amorfs (A), semicristal·lins (B) i cristal·lins (C).

Com s'ha comentat anteriorment, la temperatura de transició vítria per alguns polímers és inferior a  $0^{\circ}\text{C}$ , per aquest motiu el DTA de baixa temperatura és la tècnica adequada per l'estudi de polímers.

Material	Temperatura de transició vítria [ $^{\circ}\text{C}$ ( $^{\circ}\text{F}$ )]	Temperatura de fusió [ $^{\circ}\text{C}$ ( $^{\circ}\text{F}$ )]
Polietileno (baja densidad)	-110 (-166)	115 (239)
Polietileno (alta densidad)	-90 (-130)	137 (279)
Cloruro de polivinilo	105 (221)	212 (414)
Politetrafluoretileno	-90 (-130)	327 (621)
Polipropileno	-20 (-4)	175 (347)
Poliestireno	100 (212)	
Nilón 66	57 (135)	265 (509)
Poliéster (PET)	73 (163)	265 (509)
Policarbonato	150 (302)	

Taula 2.- Temperatura de transició vítria i de fusió d'alguns polímers.

La temperatura de transició vítria, la cristal·lització o la temperatura de fusió queden reflectides en l'anàlisi tèrmic diferencial DTA tal i com mostra la figura següent. S'observa com en un calentament es produeix un procés endotèrmic en la  $T_g$ , exotèrmic en la cristal·lització i endotèrmic en la fusió.

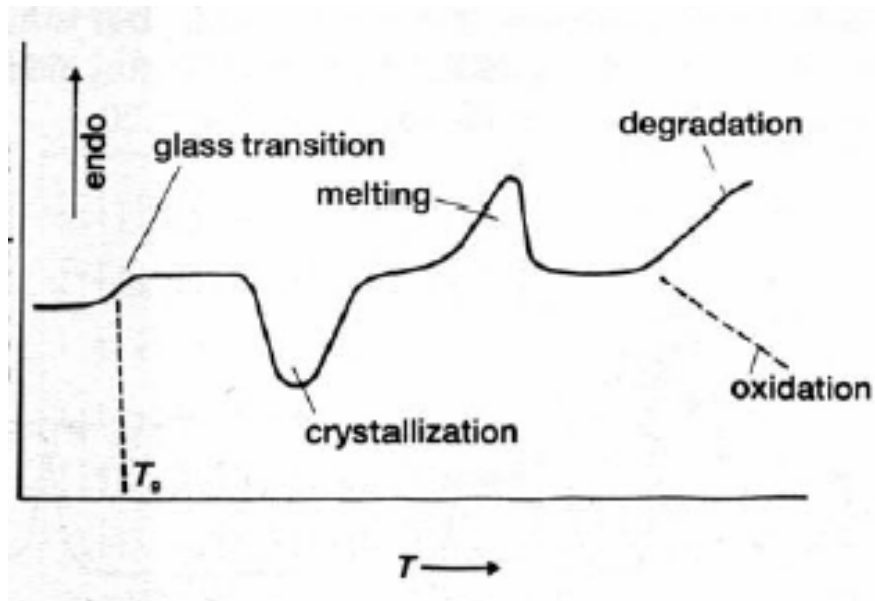


Figura 6.- Corba DTA d'un polímer.

Els factors que influeixen en les temperatures de fusió i de transició vítria depèn de variis factors. La temperatura de fusió depèn dels elements estructurals que modifiquen l'habilitat de les cadenes per a formar enllaços de Van der Waals i d'hidrogen, com el grau de ramificació o el pes molecular. La ramificació de les cadenes disminueix l'eficiència d'empaquetament i la possibilitat de les cadenes per a alinear-se i enllaçar-se. Per tant, la temperatura de fusió disminueix en augmentar el grau de ramificació de les cadenes. Per contra, la temperatura de fusió augmenta en augmentar el pes molecular o longitud de la cadena. Els extrems de les cadenes es mouen lliurement com a resposta a la mobilitat vibracional. En perllongar-se la longitud de les cadenes, el nombre d'extrems disminueix. D'aquesta manera es necessita un increment d'energia per a estimular suficients moviments vibracionals per a fondre. Aquest increment d'energia s'aporta elevant la temperatura de fusió.

Una cadena més rígida (o menys flexible) dificulta el moviment de rotació ja que si augmenta la temperatura incrementa el valor de  $T_g$ . La flexibilitat de les cadenes disminueix perquè introdueix en les cadenes àtoms voluminosos o grans grups atòmics, que restringeixen la rotació molecular. Si apareix entrecreuament o reticulació entre cadenes també disminueix la mobilitat molecular i augmenta  $T_g$ .

### 3. SISTEMA D'ADQUISICIÓ DE DADES

Les dades a adquirir són les temperatures que intervenen en l'equip. Les temperatures es mesuren mitjançant uns sensors de tipus termoparell. Per l'anàlisi tèrmic diferencial el forn NETZSCH 6.231.0 disposa d'un muntatge de varis termoparells diferencials que proporcionen la senyal de la temperatura de referència i de la diferència de temperatures entre la temperatura de referència i la temperatura de la mostra. També disposa d'un termoparell per mesurar la temperatura de la resistència del forn, temperatura que controla el controlador Eurotherm 3216.

#### 3.1 Sistema de mesura (Termoparells)

Hi ha varis sistemes per mesurar temperatures, termòmetres de mercuri, termòmetres IR, termòmetres resistius, termoparells, etc. Un dels més utilitzats són els termoparells.

Un termoparell és un dispositiu format per la unió de dos metalls diferents que produeix un voltatge (efecte Seebeck), que és funció de la diferència de temperatura entre un dels extrems anomenat "punt calent" o de mesura i l'altre extrem anomenat "punt fred" o de referència.

Els termoparells són molt utilitzats com a sensors de temperatura atès que són molt econòmics, intercanviables, tenen connectors estàndard i són capaços de mesurar un ampli rang de temperatures.

- Diferents tipus de termoparells

Hi ha molt tipus de termoparells, els normalitzats són els següents: J, K, T, S, B, E, R i N.

Type	Materials	max. Temp. (°C)	Sensitivity ( $\mu V/^{\circ}C$ ) at		
			20 °C	100 °C	500 °C
B	Platinum 30% rhodium/platinum 6% rhodium	1700	0	0.9	5.1
E	Nickel-chromium alloy/copper-nickel alloy	870	60.5	67.5	81.0
J	Iron/another slightly different copper-nickel alloy	760	51.5	54.4	56.0
K	Nickel-chromium alloy/nickel-aluminium alloy	1260	40.3	41.4	42.7
N	Nickel-chromium alloy/nickel-silicon alloy	1300	26.6	29.6	38.3
R	Platinum 13% rhodium/platinum	1400	5.9	7.5	10.9
S	Platinum 10% rhodium/platinum	1400	5.9	7.4	9.9
T	Copper/copper-nickel alloy	370	40.3	46.7	

Taula 3. Diferent tipus de termoparells, temperatura màxima de treball i sensibilitat no lineal .

Els termoparells del forn NETZSCH 6.231.0 són de tipus J (Ferro - Constantan). El Constantan és una aleació de 55% Cu i 45% Ni que es caracteritza per tenir una resistència elèctrica constant en un rang ampli de temperatures.

La sensibilitat dels termoparells no és lineal. Hi ha taules tabulades, i aproximacions amb polinomis complexos per determinar la sensibilitat variable dels termoparells en funció de la temperatura.

A continuació es representa una taula del voltatge (mV) de sortida corresponent al rang de temperatures en increments de 5°C del termoparell tipus J (Ferro-Constantan) que és el que utilitza el forn del laboratori:

°C	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45
-250									-8.095	-7.996
-200	-7.890	-7.778	-7.659	-7.534	-7.403	-7.265	-7.123	-6.975	-6.821	-6.663
-150	-6.500	-6.332	-6.159	-5.982	-5.801	-5.616	-5.426	-5.233	-5.037	-4.836
-100	-4.633	-4.425	-4.215	-4.002	-3.786	-3.566	-3.344	-3.120	-2.893	-2.663
-50	-2.431	-2.197	-1.961	-1.722	-1.482	-1.239	-0.995	-0.749	-0.501	-0.251
0	0.000	0.253	0.507	0.762	1.019	1.277	1.537	1.797	2.059	2.322
50	2.585	2.850	3.116	3.382	3.650	3.918	4.187	4.456	4.726	4.997
100	5.269	5.541	5.814	6.087	6.360	6.634	6.909	7.184	7.459	7.734
150	8.010	8.286	8.562	8.839	9.115	9.392	9.669	9.947	10.224	10.501
200	10.779	11.056	11.334	11.612	11.889	12.167	12.445	12.722	13.000	13.278
250	13.555	13.833	14.110	14.388	14.665	14.942	15.219	15.496	15.773	16.050
300	16.327	16.604	16.881	17.157	17.434	17.710	17.986	18.262	18.538	18.814
350	19.090	19.366	19.642	19.918	20.194	20.469	20.745	21.021	21.297	21.572
400	21.848	22.124	22.400	22.676	22.952	23.228	23.504	23.780	24.057	24.333
450	24.610	24.887	25.164	25.442	25.720	25.998	26.276	26.555	26.834	27.113
500	27.393	27.673	27.953	28.234	28.516	28.798	29.080	29.363	29.647	29.931
550	30.216	30.502	30.788	31.074	31.362	31.650	31.939	32.229	32.519	32.810
600	33.102	33.395	33.689	33.984	34.279	34.575	34.873	35.171	35.470	35.770
650	36.071	36.373	36.675	36.979	37.284	37.590	37.896	38.204	38.512	38.822
700	39.132	39.443	39.755	40.068	40.382	40.696	41.012	41.328	41.645	41.962
750	42.281	42.599	42.919	43.239	43.559	43.881	44.203	44.525	44.848	45.171
800	45.494	45.818	46.141	46.464	46.786	47.109	47.431	47.753	48.074	48.395
850	48.715	49.034	49.353	49.672	49.989	50.306	50.622	50.937	51.251	51.565
900	51.877	52.189	52.500	52.810	53.119	53.427	53.735	54.041	54.347	54.652
950	54.956	55.259	55.561	55.863	56.164	56.464	56.763	57.062	57.360	57.657
1000	57.953	58.249	58.545	58.840	59.134	59.428	59.721	60.014	60.307	60.599
1050	60.890	61.182	61.473	61.763	62.054	62.344	62.634	62.924	63.214	63.503
1100	63.792	64.081	64.370	64.659	64.948	65.237	65.525	65.814	66.102	66.391
1150	66.679	66.967	67.255	67.543	67.831	68.119	68.406	68.693	68.980	69.267
1200	69.553									

Taula 4.- Sensibilitat del termoparell tipus J (Ferro-Constantan), (°C/mV).



### 3.2 Temperatura del forn i el seu control

És necessari controlar amb precisió el comportament del forn per a realitzar els assaigs d'anàlisi tèrmica dels materials, especialment pel que fa a les rampes de temperatura i a la velocitat de calentament que per DSC es recomanable de 5°C/minut i per DTA de 10°C/minut. Hi ha molts tipus de forns, alguns tenen incorporat un sistema per establir la temperatura final o de consigna, la velocitat del calentament, etc però d'altres requereixen d'un sistema de control extern.

En el present projecte s'ha implementat al forn un controlador extern model EUROTHERM 3216 que permet programar moltes variables com per exemple les temperatures de consigna, les velocitats de calentament i el temps de les isoterms de les diferents rampes de temperatura, el tipus de termoparell del forn que se li ha connectat, temperatures límit i alarmes, control PID de la potència subministrada al forn per seguir les rampes de temperatura, etc. Aquest controlador permet la connexió a un ordinador al port sèrie RS-232 i mitjançant el protocol de comunicació Modbus es permet programar-lo amb un software adequat des de l'ordinador. En aquest sentit el fabricant facilita un software específic per programar el controlador a través de l'ordinador però en el present projecte el que s'ha realitzat un nou software per poder-lo programar en Labview i d'aquesta manera incorporar a la resta del programa informàtic la programació del controlador. Més endavant es descriurà les característiques de l'equip i la seva programació.



Foto 1.- Controlador PID Eurotherm 3216, amb entrada del termoparell del forn, sortida de potència al forn i comunicació amb l'ordinador a través del port sèrie RS-232.

### 3.3 Adquisició de dades DTA mitjançant la targeta NI-9211

El sistema d'adquisició de dades escollit ha estat mitjançant la targeta National Instruments NI-9211 especialment dissenyada per a termoparells, que pot connectar-se fins amb 4 termoparells. Dita targeta admet tots els tipus de termoparells estàndard normalitzats, i té en compte la no linealitat de la relació entre la tensió i la temperatura.

Mitjançant el llenguatge de programació de Labview juntament amb aquesta targeta adquiridora les dades de temperatura són calculades a partir del voltatge mesurat, el qual resulta una avantatge atès que no cal utilitzar taules tabulades o funcions polinòmiques complexes per calcular dita temperatura.



Foto 2. Targeta adquiridora de dades NI-9211



## 4. IMPLEMENTACIÓ DE L'EQUIP DE DTA DE BAIXA TEMPERATURA

### 4.1 Descripció de l'equip i connexions

- El forn

L'equip està compost per un forn DTA de baixa temperatura NETZSCH Gerätebau – GmbH Selb – Bayer model: 6.231.0 número de sèrie: 231-049. Disposa d'un sistema de termoparells de tipus J, un per mesurar la temperatura de la resistència del forn, i les temperatures del DTA. Els sistema de termoparells del DTA en l'interior del forn consta de 4 soldadures de termoparells diferencials sobre els quals s'ubiquen els gressols. Disposa de 4 gressols, un correspon a la temperatura de referència i els altres 3 sobre els quals es disposa la mostra proporcionant un valor promig. El forn disposa d'una protecció cilíndrica estanca, el que permet submergir-lo en un recipient amb nitrogen líquid en el cas que fos necessari. El forn pot alimentar-se a una tensió màxima de 50 volts / 50-60 Hz.

- El controlador del forn

El controlador PID del forn és de la marca Eurotherm model 3216 versió 2.12. Disposa d'entrada per el termoparell del forn, que es pot configurar segons el tipus de termoparell o RTD. S'ha escollit aquest controlador per ser un dels més senzills i fàcils d'utilitzar i sobretot perquè permet la comunicació digital amb l'ordinador a través del port sèrie RS-232 amb el protocol Modbus. La sortida de potència per el forn és de 220 volts, motiu pel qual s'ha hagut d'implementar un transformador per no superar el voltatge màxim permès pel forn, sinó la resistència del forn es faria malbé o es cremaria.

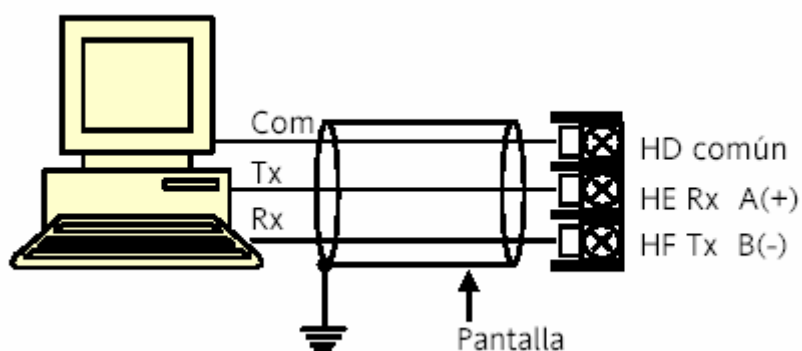
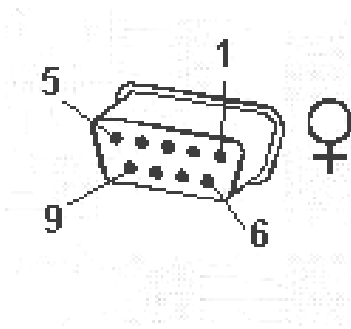


Figura 7.- Esquema de connexió entre el port sèrie de l'ordinador i el controlador Eurotherm 3216.



Standard Cable	PC socket pin no.		PC Function *	Instrument Terminal	Instrument
Colour	9 way	25 way			Function
White	2	3	Receive, RX	HF	Transmit, TX
Black	3	2	Transmit, TX	HE	Receive, RX
Red	5	7	Common	HD	Common

Figura 8.- Quadre per realitzar el cable de connexió amb els pins corresponents entre el port sèrie de l'ordinador i el controlador Eurotherm 3216.

- La targeta adquiridora de dades

La targeta adquiridora de dades National Instruments model NI-9211 de 4 canals, especialment dissenyada per a termoparells. Dita targeta admet tots els tipus de termoparells estàndard normalitzats. La connexió dels termoparells s'ha de realitzar tenint en compte la polaritat, sinó el resultat tindria signe contrari. Està acoplada al mòdul NI USB 9161 el que permet connectar-la al ordinador mitjançant un cable usb. Dita targeta s'ha escollit perquè té en compte la no linealitat de la sensibilitat dels termoparells, amb el qual no cal utilitzar taules tabulades o funcions polinòmiques complexes per calcular dita temperatura. Especialment dissenyada per ser utilitzada amb el programa Labview amb el qual es transforma la senyal de voltatge directament a temperatures en °C.

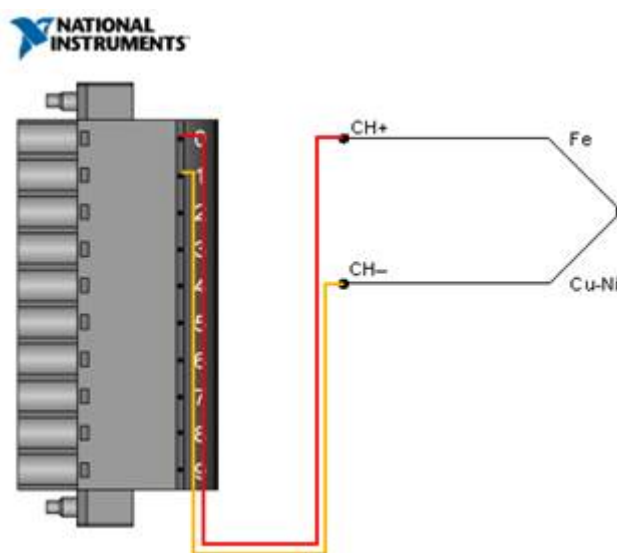
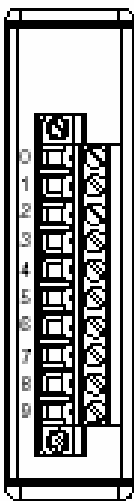


Figura 9.- Esquema de connexió d'un termoparell en el primer canal de la targeta adquiridora de dades, tenint en compte la polaritat dels diferents cables del termoparell.

Module	Terminal	Signal
	0	TC0+
	1	TC0-
	2	TC1+
	3	TC1-
	4	TC2+
	5	TC2-
	6	TC3+
	7	TC3-
	8	No connection
	9	Common (COM)

Taula 5.- Assignació de terminals de la targeta adquiridora de dades NI-9211.

#### - L'ordinador portàtil

L'ordinador portàtil es connecta amb el controlador pel port sèrie RS-232 i amb la targeta adquiridora de dades pel port usb tal i com s'ha esmentat anteriorment. El software instal·lat és el programa Labview (Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) version 8.0, NI-DAQmx Base, version 2.0 (200f2), Measurement & Automation Explorer, version 4.0 i Labview Run-Time Engine, version 8.0.1. És molt important la instal·lació del software anteriorment esmentat i no instal·lar versions actualitzades o altres programes complementaris de National Instruments atès que la targeta adquiridora de dades NI-9211 dona molts problemes de compatibilitat i només funciona amb el software esmentat.

#### - L'equip de buit

L'equip de buit està indicat per assaigs a molt baixa temperatura per a evitar condensacions de vapor. Per sota dels 0°C el vapor es pot condensar i afectar al comportament tèrmic de la senyal. L'equip pot treballar a temperatures inferiors a 0°C, això s'aconsegueix amb un recipient amb nitrogen líquid a on s'introdueix el forn protegit amb un cilindre estanc. Això permet que la tècnica DTA treballi en un rang de temperatures molt ampli, entre -195,8°C i 300°C, el qual representa una ventatge respecte la tècnica de DSC que només pot treballar per temperatures superiors a la temperatura ambient. Això fa que el present equip de DTA de baixa temperatura sigui adient per l'estudi de polímers.



Foto 3.- Dispositius que intervenen en el DTA. Forn NETZSCH 6.231.0, controlador PID Eurotherm, targeta adquiridora de dades NI-9211, ordinador portàtil i equip de buit.





Foto 4.- Interior del forn, amb els porta mostres de coure sobre els termoparells.



Foto 5.- Controlador PID Eurotherm 3216, amb entrada del termoparell del forn, sortida de potència al forn i comunicació amb l'ordinador a través del port sèrie RS-232.



Foto 6.- Targeta adquiridora de dades de temperatura mitjançant termoparells NI 9211 de 4 canals, amb adaptador NI USB-9161.

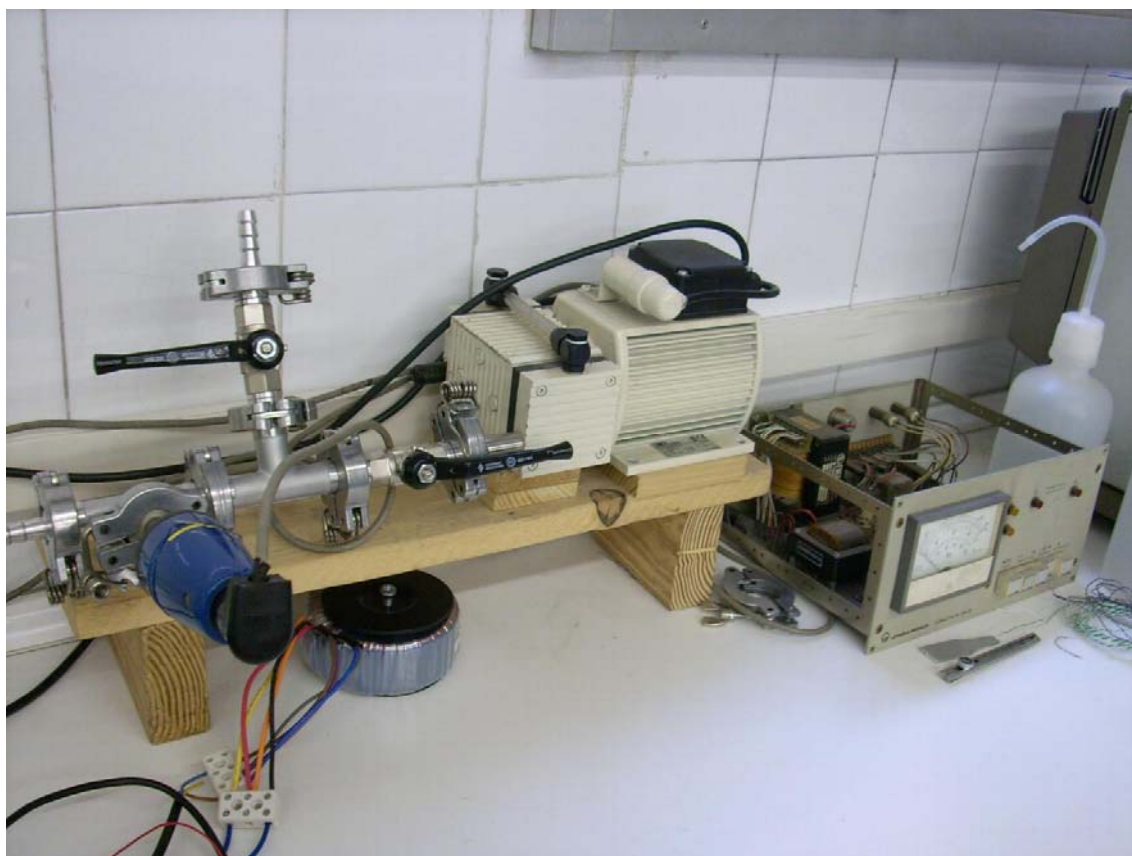


Foto 7.- Equip per fer el buit en el forn i el transformador 220v/25v de tensió de sortida del controlador Eurotherm 3216.





Foto 8.- Recipient amb nitrogen líquid a on s'introdueix el forn protegit amb un cilindre estanc, en cas d'assais a molt baixa temperatura.

## 4.2 Calibració del controlador determinant els valors PID

El controlador del forn té la funció de donar la potència adequada per a que el forn escalfi o refredi seguint unes rampes de temperatura i isoterms amb precisió. Cada forn és diferent i per tant cada cop que s'acopli el controlador a un forn diferent s'ha de configurar els paràmetres PID.

En aquest cas s'ha escalfat el forn fins a una temperatura elevada, 200°C i s'ha posat el controlador en el mode "Autotune" configurant-se automàticament els paràmetres de control (el controlador fa una sèrie de proves escalfant i refredant al voltant dels 200°C per determinar els paràmetres que més s'ajusten a dit equip). S'ha de fer una rampa fins a 200°C i després una isoterma durant el temps suficient (triga uns 10 minuts aproximadament), llavors es selecciona manualment en el controlador el menú "CTRL", submenú "A.TUNE" i configurar-lo en la opció "YES". D'aquesta manera automàticament es defineixen els paràmetres PID que són els següents:

- Banda Proporcional: defineix una sortida proporcional a la amplitud de la senyal de l'error. Pel present equip és de 3 cops l'amplitud de la senyal d'error.
- Temps Integral: permet eliminar els offsets de control en estat estacionari mitjançant la pujada o baixada del valor de sortida en proporció a la amplitud i duració de la senyal d'error. Pel present equip és de 182 segons.
- Temps Derivatiu: determina el grau de reacció del regulador davant la velocitat de canvi de la temperatura. Pel present equip és de 30 segons.

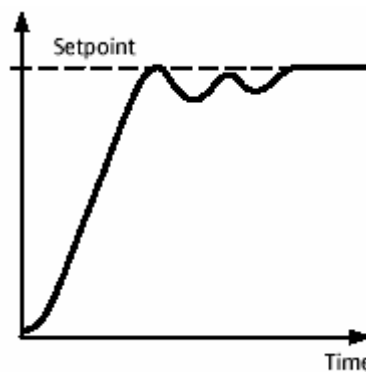


Figura 10.- L'ajust de la temperatura del forn a les rampes de temperatura i isoterms ha de ser el més exacte possible, minimitzant les oscil·lacions.

Els paràmetres PID permeten un ajust de la temperatura del forn a les rampes de temperatura i isoterms el més precís possible, amb el mínim d'oscil·lacions.

Però cal tenir present que la temperatura de la resistència del forn i la temperatura de les mostres de l'interior no és la mateixa. Les mostres dipositades a l'interior del forn tenen una temperatura inicialment inferior atès que tenen una inèrcia que fa que els costi d'escalfar-se.



Experimentalment s'ha observat que en les rampes de temperatura realitzades de temperatura ambient a 160°C la temperatura de referència és inferior fins els 80°C aproximadament. En canvi, per temperatures superiors a 80°C la temperatura de referència és lleugerament superior a la temperatura del forn. En cada un dels assaigs el programa realitza una gràfica de la temperatura de referència en el temps, i s'observa que la rampa de la temperatura de referència experimentalment té una velocitat molt constant, motiu pel qual es considera que aquestes desviacions no afecten als resultats del assaigs.

### 4.3 Calibració de la temperatura del forn

El sistema ha de calibrar-se. Les mostres es dipositen sobre un gressol d'alumini i per obtenir una bona lectura la superfície de contacte entre la mostra i el gressol ha de ser la màxima possible.

La calibració és realitza respecte a un material de característiques conegudes que utilitzem com a patró. Hi ha molts materials estàndard per a la calibració, els més comuns es representen en la següent taula:

(a) Temperature calibration			
Material	Transition temperature (°C)	Material	Transition temperature (°C)
KNO <sub>3</sub>	127.7	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	583
KClO <sub>4</sub>	299.5	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	665
Ag <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	412	BaCO <sub>3</sub>	810
SiO <sub>2</sub> (quartz)	573	SrCO <sub>3</sub>	925

(b) Enthalpy (and temperature) calibration				
Material	M.pt(°C)	M.pt(K)	$\Delta H_{\text{melting}}(\text{cal g}^{-1})$	$\Delta H_{\text{melting}}(\text{J g}^{-1})$
Indium	156.4	429.6	6.80	28.5
Tin	231.9	505.1	$14.40 \pm 0.01$	$60.25 \pm 0.04$
Lead	327.4	600.6	$5.45 \pm 0.01$	$22.80 \pm 0.04$
Zinc	419.5	692.7	$25.9 \pm 0.1$	$108.4 \pm 0.4$
Aluminium	660.4	933.6	$94.9 \pm 0.3$	$397 \pm 1$

Taula 6.- Materials estàndard recomanats per a la calibració.

Per calibrat el forn NETZSCH 6.231.0 utilitzem una mostra encapsulada en un gressol d'alumini de Indi amb una temperatura de fusió coneguda de 156,6 °C.

Atès que no hi ha 2 forns iguals, i per garantir que les dades de diferències de temperatura obtingudes mitjançant els termoparells del forn són correctes es realitza un calibrat del forn.

El calibrat consisteix en fondre un mostra coneguda, en aquest cas utilitzem el Indi (In) que fon a una temperatura concreta de 156,6 °C, i comparar amb la temperatura de fusió que té l'Indi en el sistema del laboratori.

Es realitzen 2 assaigs, escalfant des de temperatura ambient fins a 200°C, i s'observa que la temperatura de fusió del Indi en el nostre forn model NETZSCH 6.231.0 és de 160°C.

El detall dels gràfics corresponents es mostren a continuació:

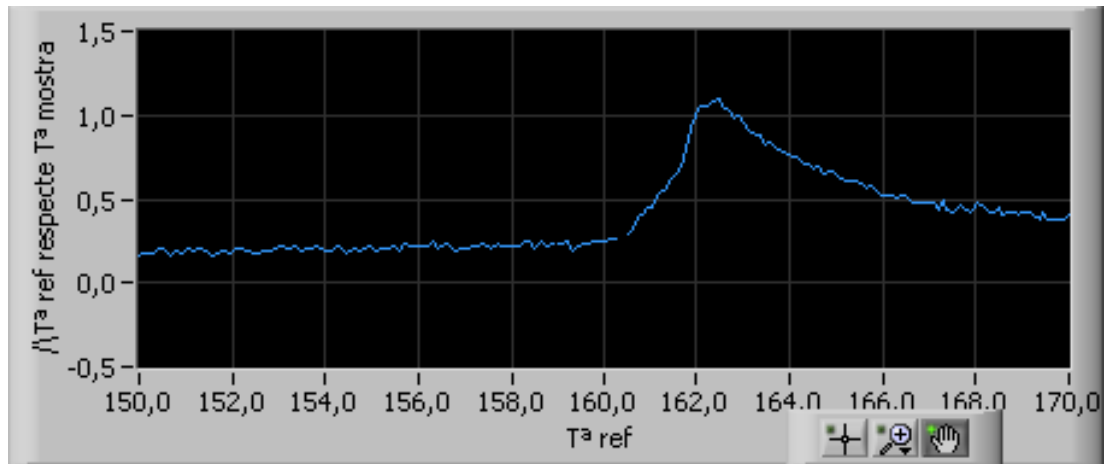


Figura 11.- Detall de DTA de l'Indi del primer assaig en el forn NETZSCH 6.231.0.

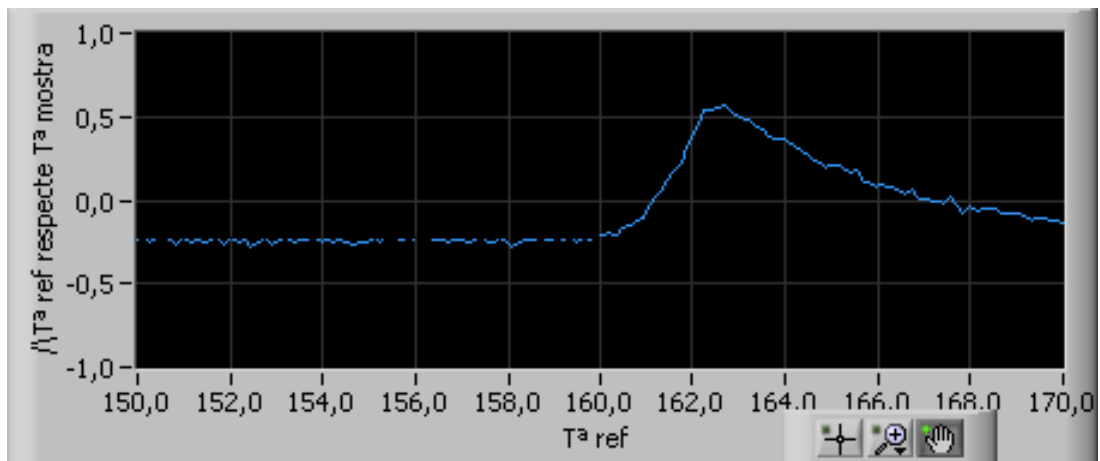


Figura 12.- Detall de DTA de l'Indi del segon assaig en el forn NETZSCH 6.231.0.

S'ha programat l'aplicació informàtica per a que s'introdueixi el valor experimental de la temperatura de fusió de l'Indi, d'aquesta manera el programa calibra automàticament el sistema i té l'avantatge que el programa serveix per altres forns ja que només cal introduir dita dada per calibrar un sistema diferent. A continuació es mostra la pantalla de l'aplicatiu informàtic corresponent:

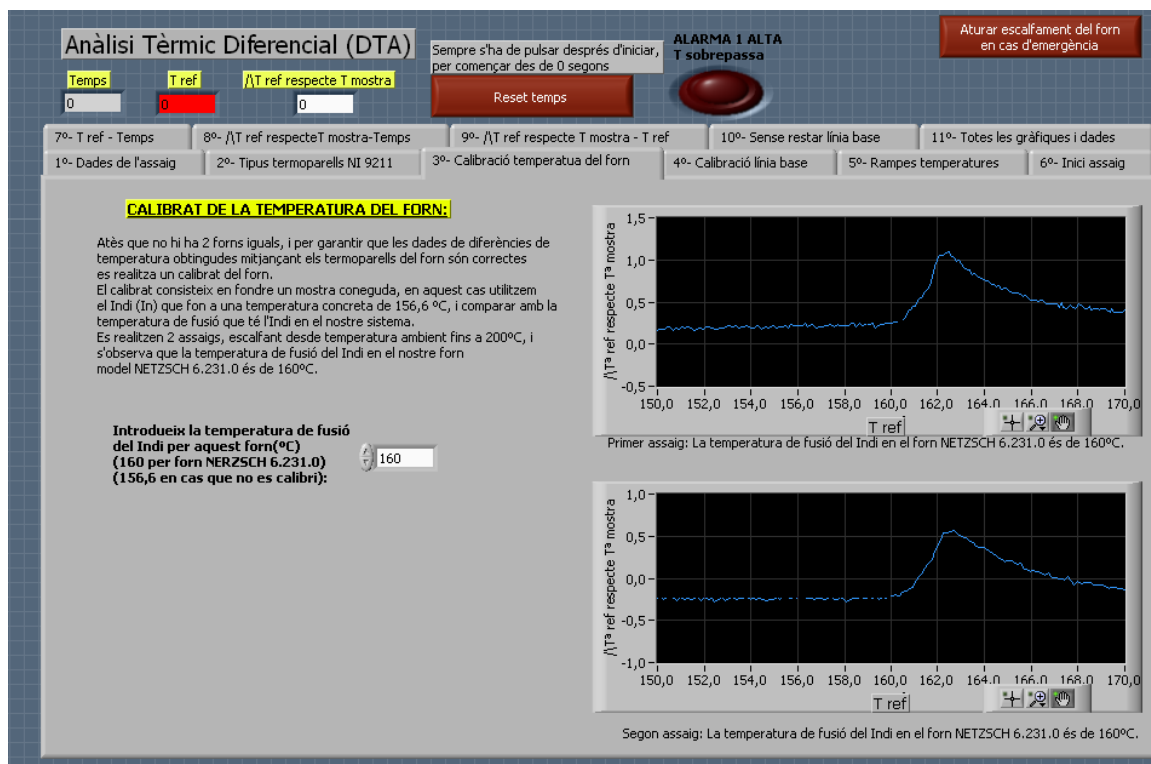


Figura 13.- Pantalla de l'aplicatiu informàtic per a la calibració de la temperatura del forn.

#### 4.4 Línia base i la seva calibració

Les corbes DTA tenen una desviació que cal corregir mitjançant la línia base. La línia base és la corba experimental resultant del sistema, i aquesta no sempre està ben establerta.

Per definir i quantificar un pic sobre una corba DTA s'ha de fer respecte una línia base calibrada.

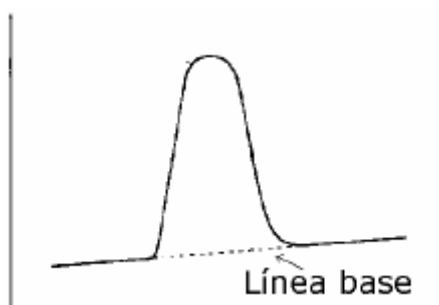


Figura 14.- Corba DTA sobre línia base.

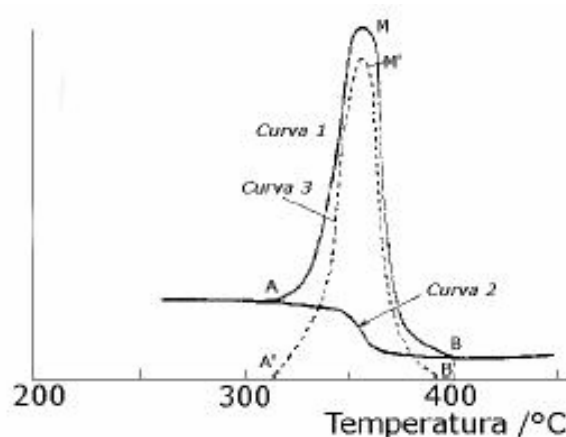


Figura 15.- Calibració d'una corba restant la línia base.

En teoria la diferència de temperatures entre la temperatura de referència i la temperatura de la mostra ha de ser nul·la quan no es posa cap mostra, però experimentalment això no és així. Per aquest motiu s'ha de trobar la "línia base" per restar-la als futurs assaigs, calibrant així el sistema.

S'han realitzat varis escalfaments sense cap mostra, des de temperatura ambient fins a aproximadament 260°C. S'observa que la diferència de temperatures no és exactament 0, sinó que té petites variacions no lineals. S'ha repetit l'assaig varies vegades i s'ha realitzat una mitja, obtenint la línia base del sistema. Amb un programa de càlcul s'obté la fórmula de la línia de regressió polinòmica.

Amb la línia base obtinguda, és corregeix aquesta desviació restant-la als valors de diferències de temperatures obtinguts en els assaigs que es realitzin amb mostres. Aquesta resta la realitza automàticament l'aplicatiu informàtic si s'introdueix la fórmula de regressió polinòmica de la línia base en les caselles corresponents, que pel forn NETZSCH 6.231.0 és la següent:

$$y = 0,00000000000002x^6 - 0,0000000001903x^5 + 0,0000000623094x^4 - 0,0000102205603x^3 + 0,0009292599148x^2 - 0,0428030507545x + 0,5570803776694$$

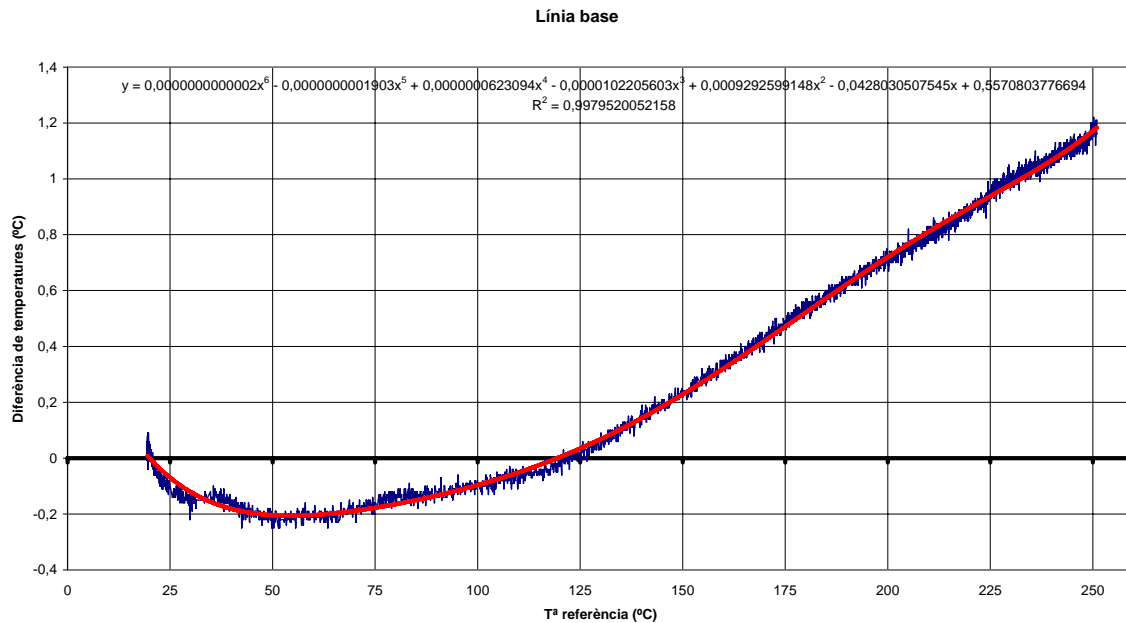


Figura 16.- Línia base del forn NETZSCH 6.231.0.

S'ha programat l'aplicació informàtica per a que s'introdueixi el valor experimental de la línia base del sistema, d'aquesta manera el programa calibra automàticament el sistema i té l'avantatge que el programa serveix per altres forns ja que només cal introduir dita dada per calibrar un sistema diferent. A continuació es mostra la pantalla de l'aplicatiu informàtic corresponent:

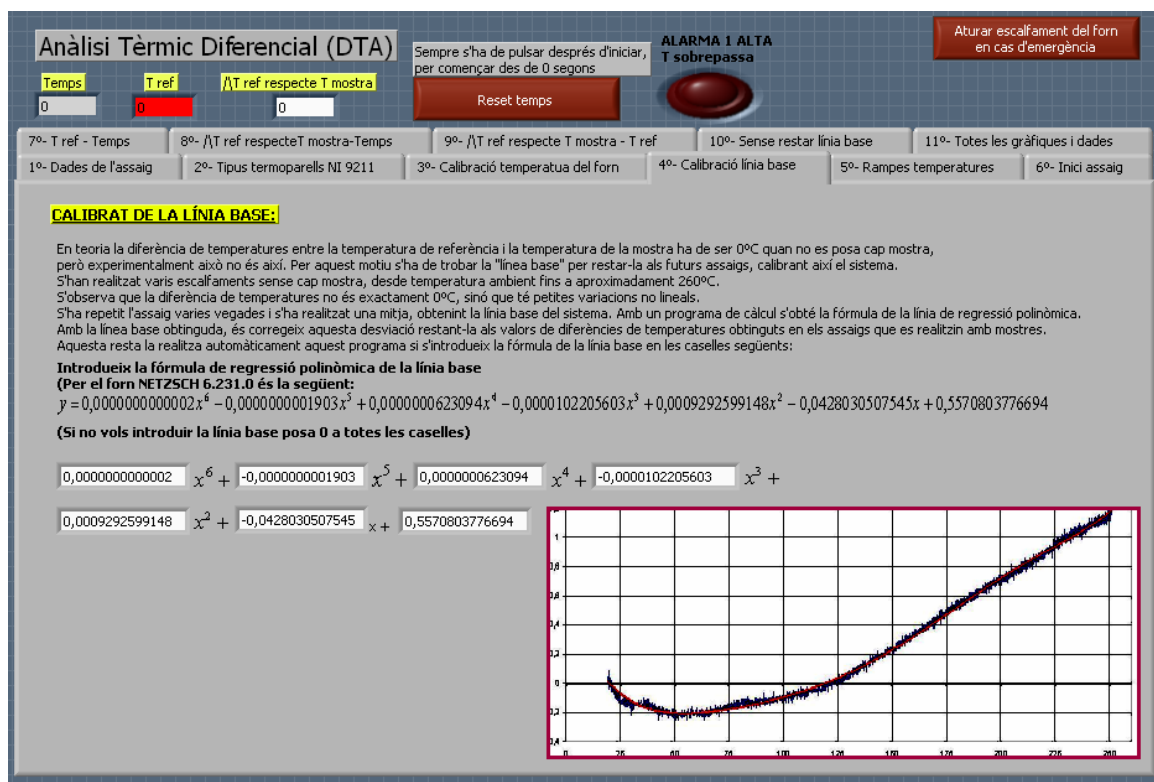


Figura 17.- Pantalla del programa per definir la línia base.

El programa també realitza la gràfica i les dades de la corba sense restar la línia base, per tant el programa mostra totes dues corbes el qual resulta molt interessant per poder comparar una amb l'altra, i fer les correccions pertinents en el cas que fos necessari.

## 5. REALITZACIÓ DEL PROGRAMA INFORMÀTIC

### 5.1 Descripció del software utilitzat

El software instal·lat en l'ordinador portàtil és el programa Labview (Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) version 8.0, NI-DAQmx Base, version 2.0 (200f2), Measurement & Automation Explorer, version 4.0 i Labview Run-Time Engine, version 8.0.1. És molt important la instal·lació del software anteriorment esmentat i no instal·lar versions actualitzades o altres programes complementaris de National Instruments atès que la targeta adquiridora de dades NI-9211 dona molts problemes de compatibilitat i només funciona amb el software esmentat.

El software Labview és un llenguatge de programació visual específicament orientat a la instrumentació, per controlar instruments electrònics de laboratori o de processos industrials i per la captació i processament de dades.

El software NI-DAQ, Measurement & Automation Explorer i Labview Run-Time Engine són necessaris per a la captació de dades (DAQ Data Acquisition System) externes mitjançant targetes d'adquisició de dades, com en el present treball s'utilitza la targeta NI-9211.

### 5.2 Descripció de llenguatge de programació LABVIEW

Apart del Labview hi ha molts programes i llenguatges de programació que permeten controlar instrumentació i adquirir dades, com per exemple Visual Basic, el C, el C++, el Visual C++, Pascal, etc. Però el software de Labview és el més adequat per els motius següents:

- És molt simple d'utilitzar, atès que està basat en un llenguatge de programació gràfic, anomenat llenguatge G.
- És un programa enfocat cap a la instrumentació virtual, pel que disposa de nombroses eines de presentació, gràfiques, botons, indicadors i controls, els quals són molt esquemàtics i senzills. Això seria complicat de realitzar amb altres llenguatges de programació mentre que amb Labview ja estan creats i només s'han d'adaptar als requeriments del programa a crear.
- És un programa molt desenvolupat que disposa de drivers i llibreries especialitzades per la adquisició de dades, comunicacions, anàlisis estadístic, creació d'arxius i bases de dades, el qual facilita la modernització i automatització dels assaigs o processos i la captació de dades i el seu processat.
- Degut a que les funcions bàsiques ja estan programades el temps per realitzar una nova aplicació és redueix força, atès que no s'ha de programar des de 0 sinó que es poden aprofitar les funcions bàsiques del programa i a més disposa d'un elevat nombre d'exemples que permeten aprendre el funcionament de les funcions i així adaptar-les a les necessitats concretes requerides.
- Com que es programa creant subrutines (sub VI) en mòduls o blocs, es poden utilitzar altres blocs creats anteriorment per altres aplicacions o persones. National Instruments

disposa d'una pàgina web on es poden descarregar exemples, drivers i aplicacions creats per altres usuaris.

- És un programa que permet passar les aplicacions entre diferents plataformes com el PC o el Macintosh i continuar funcionant (però no tot, hi ha hardware com algunes targetes adquiridores de dades que no són compatibles, cal informar-se acuradament de les compatibilitats).

Per tant, amb un coneixement bàsic del mètode de programació i de la utilització de les estructures que disposa es pot realitzar una aplicació.

- Elements de programació:

- Els VI:

La unitat bàsica de programació s'anomena VI (Instrument Virtual) o sub VI. Es poden utilitzar en qualsevol altre aplicació de Labview com una subfunció dins d'un programa general. Els VI's es caracteritzen per tenir una forma quadrada amb un símbol distintiu que indica la seva funcionalitat, realitzen una funció específica, tenen una interfaz amb l'usuari amb entrades de dades o especificacions de diferents colors segons el tipus de dada, i les corresponents sortides. Tenen la gran ventatge que es poden repetir i reutilitzar en diferents programes.

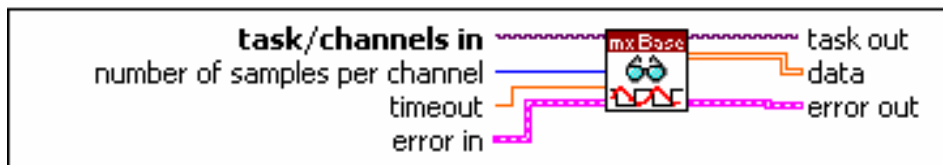


Figura 18.- Exemple del VI anomenat “DAQmxBASE read” el qual llegeix les dades de la targeta adquiridora NI-9211 i dona la sortida “data” del valor de temperatura del termoparell.

- Front Panel:

En el sistema de programació del Labview existeixen dos pantalles de treball, la pantalla frontal (Front Panel) i la pantalla de programació o diagrama de blocs (Block Diagram).

La pantalla frontal és on es visualitzen les dades, es manipulen i controlen, on estan els botons, gràfiques, indicadors, controls, caselles d'inserció de dades, etc. Es la part que l'usuari final utilitza per controlar i realitzar els assaigs.

- Block Diagram:

En el diagrama de blocs està l'estructura del programa, la seva funció i algorismes, d'una manera gràfica en llenguatge G on les dades flueixen a través de línies que connecten els diferents elements de programació. Les subrutines estan representades amb icons quadrats amb unes entrades i unes sortides on es realitza una funció específica.



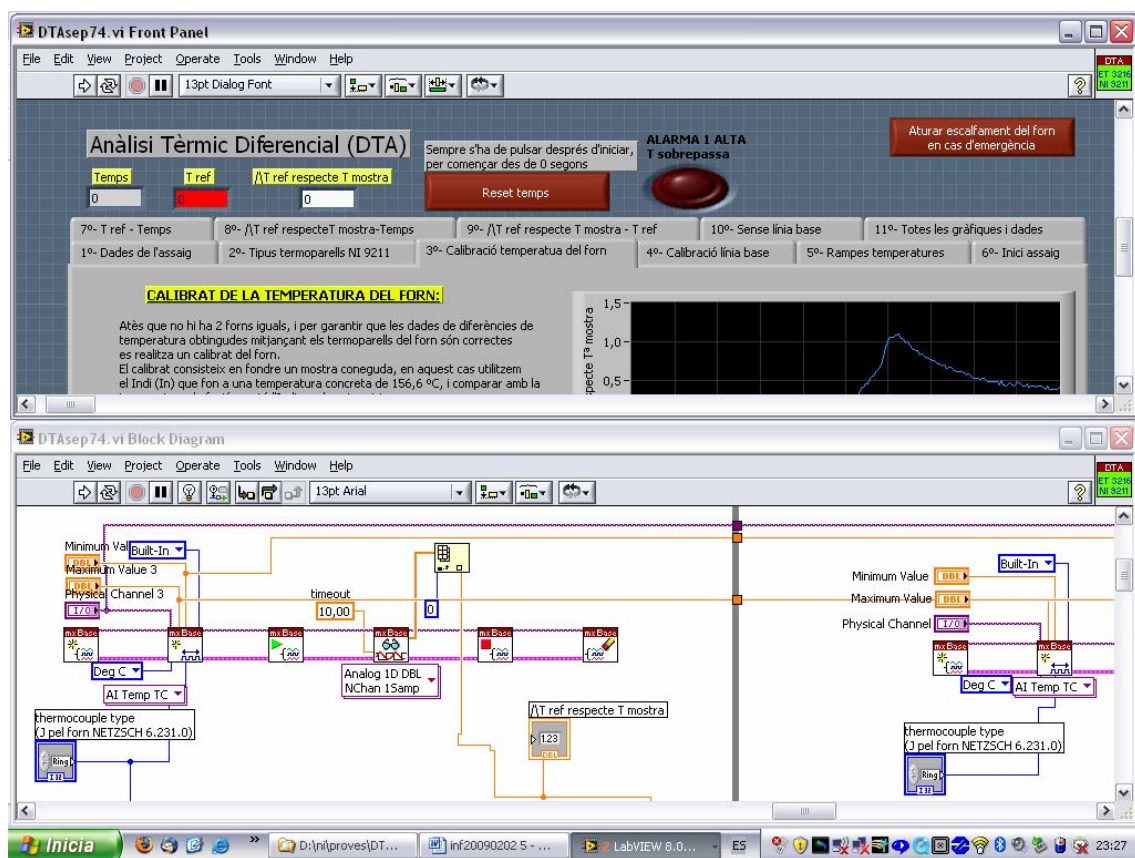


Figura 19.- El Front Panel (finestra superior) i el Block Diagram (finestra inferior).

Tots els controls i indicadors del Front Panel estan connectats per un terminal en el Block Diagram, es com si fos el panell de control d'una màquina on per el constatat anterior es veuen els botons i indicadors i per la part posterior estan els cables i terminals de connexió.

### 5.3 Programació d'un fitxer per gravar les dades de l'usuari i les de l'assaig

L'usuari pot introduir una sèrie de dades que es graven juntament amb les dades de temps, temperatura de referència, diferència de temperatures i diferència de temperatures sense restar la línia base.

- Front Panel

Figura 20.- Pantalla de dades que l'usuari pot emplenar i que es graven en un fitxer informàtic.

- Block Diagram:

Les dades es graven en el fitxer amb el nom i ubicació indicats per l'usuari. En cas de fallada del subministrament elèctric o que s'apagui l'ordinador per qualsevol motiu les dades no es perden, doncs l'arxiu grava de manera continuada durant el transcurs de l'assaig. Tampoc es pot esborrar accidentalment un arxiu guardant un altre amb el mateix nom doncs llavors l'arxiu grava les noves dades a continuació de les del anterior assaig.

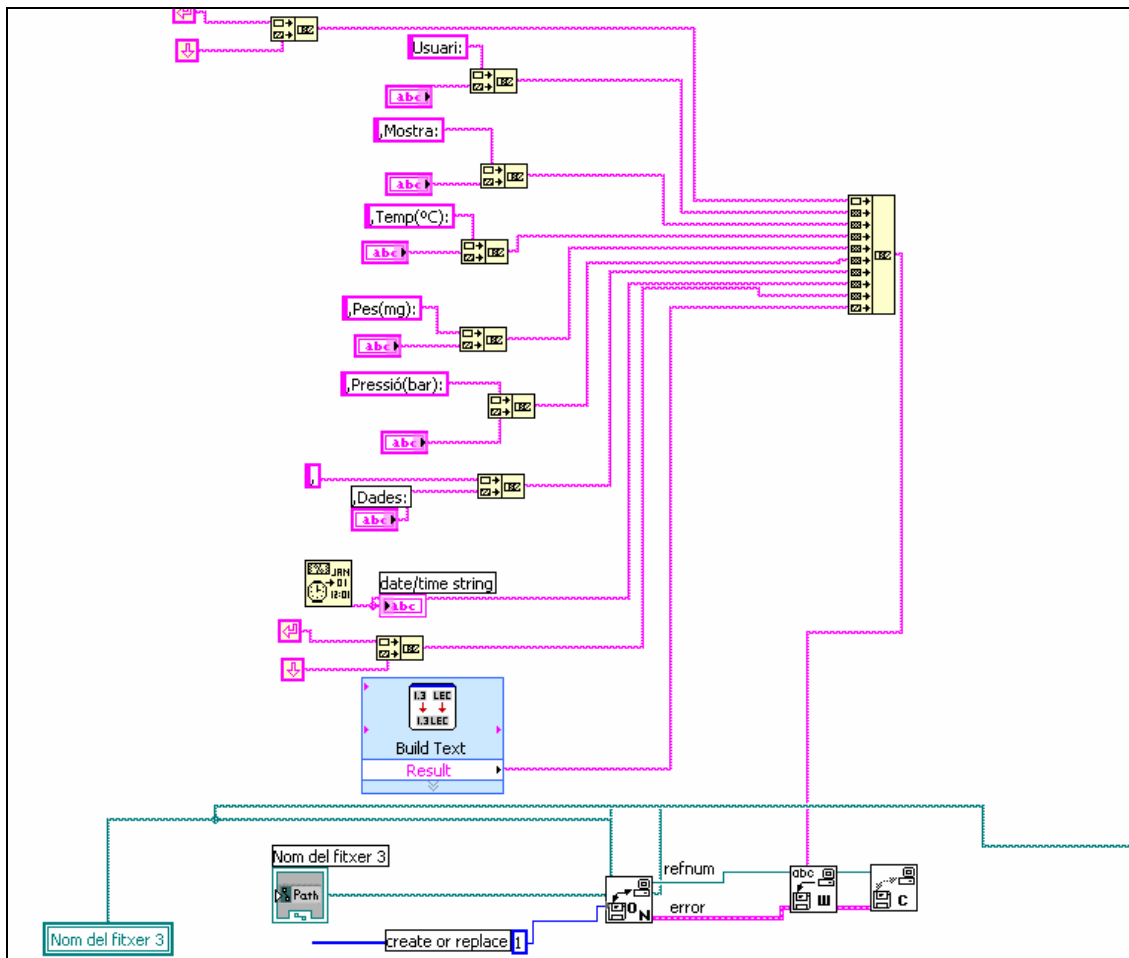


Figura 21.- Seqüència de gravació de dades en un arxiu.

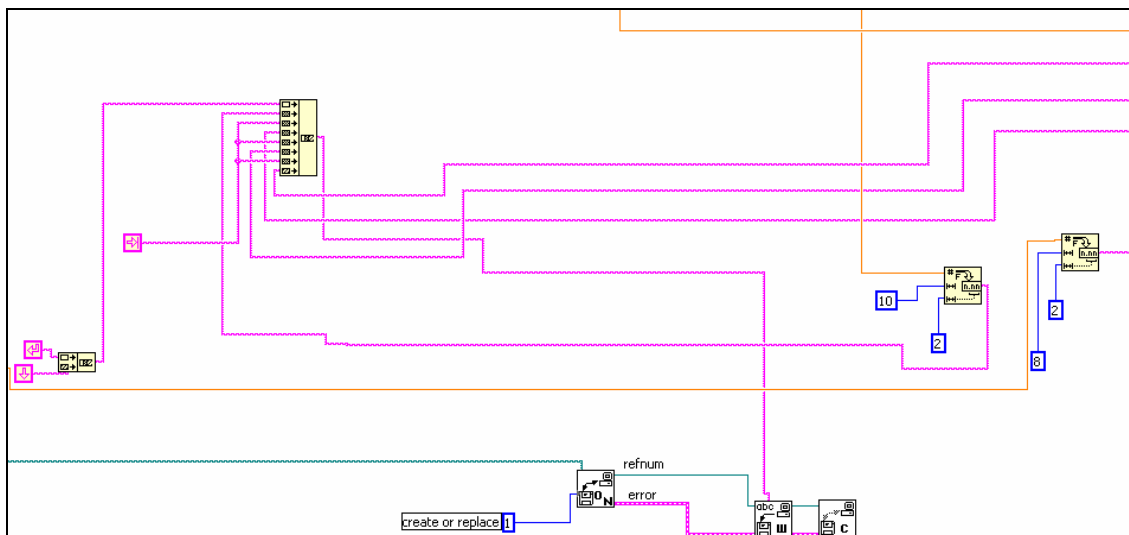


Figura 22.- Part de la seqüència de gravació de les dades de temps, temperatura de referència, diferència de temperatures i diferència de temperatures sense restar la línia base en el mateix arxiu.

20090203\_n1\_1 2 - WordPad

Fitxer Edita Visualització Inserció Formatació Ajuda

Usuari: Felipe, Mostra: N-1, Temp (°C) : 21, Pes (mg) :, Pressió (bar) : 0,990, N-1, mostra 1, 1° assaig, 4°C/min, 03/02/2009 18:21:47

Temps (s)	T <sup>a</sup> ref (°C)	Dif. Temp (°C)	Dif. sense restar LB
1,24	20,46	-0,01	-0,02
2,47	20,46	-0,00	-0,01
3,71	20,47	0,00	-0,00
4,95	20,46	0,04	0,04
6,18	20,43	-0,00	-0,01
7,42	20,46	0,03	0,02
8,65	20,44	-0,01	-0,02
9,89	20,46	0,03	0,02
11,12	20,44	0,02	0,01
12,36	20,45	0,03	0,02
13,60	20,42	0,00	-0,00
14,83	20,48	0,02	0,01
16,07	20,47	0,03	0,02
17,30	20,44	0,03	0,02

Figura 23.- Arxiu de gravació de les dades del usuari i de l'assaig.

#### 5.4 Programació de l'adquisició de senyal mitjançant la targeta adquiridora de dades

La targeta adquiridora de dades National Instruments model NI-9211 disposa de 4 canals per termoparells. Està acoplada al mòdul NI USB 9161 el que permet connectar-la al ordinador mitjançant un cable usb. Disposa d'un led que parpadeja si la connexió s'ha realitzat correctament.

- Front Panel

Dita targeta s'ha configurat en l'aplicació informàtica mitjançant el VI "DAQmxBase Create Channel" i l'usuari ha de han de definir per cada canal els paràmetres:

- Canal de la targeta on s'ha connectat el termoparell a configurar
- Temperatura màxima de treball
- Temperatura mínima de treball
- Tipus de termoparell (de tipus J pel forn NETZSCH 6.231.0)

Si l'usuari realitza l'assaig normal de DTA de baixa temperatura aquests paràmetres ja estan definits correctament per defecte.

**Anàlisi Tèrmic Diferencial (DTA)**

Sempre s'ha de pulsar després d'iniciar, per començar des de 0 segons

ALARMA 1 ALTA T sobrepassa

Temps: 0 T ref: 0  $\Delta T$  ref respecte T mostra: 0

Reset temps

7º- T ref - Temps 8º-  $\Delta T$  ref respecte T mostra-Temps 9º-  $\Delta T$  ref respecte T mostra - T ref 10º- Sense línia b

1º- Dades de l'assaig 2º- Tipus termoparells NI 9211 3º- Calibració temperatura del forn 4º- Calibració línia base

**Paràmetres de la targeta adquiridora de dades NI 9211 i tipus de termoparells**

**Canal TC0**

**Physical Channel**  
(Dev1/ai0 per el primer canal)

Dev1/ai0

**Minimum Value**  
(-200 per DTA baixa temperatura)

-200,00

**Maximum Value**  
(500 per DTA baixa temperatura)

500,00

**thermocouple type**  
(J pel forn NETZSCH 6.231.0)

J

**Canal TC1**

**Physical Channel**  
(Dev1/ai1 per el segon canal)

Dev1/ai1

**Minimum Value**  
(-50 per DTA baixa temperatura)

-50,00

**Maximum Value**  
(50 per DTA baixa temperatura)

50,00

**thermocouple type**  
(J pel forn NETZSCH 6.231.0)

J

Figura 24.- Pantalla de configuració de la targeta NI-9211.

- Block Diagram:

Dita targeta es configura mitjançant el VI “DAQmxBase Create Channel” exclusiu per aquest model de targeta, tal i com s’ha esmentat anteriorment.

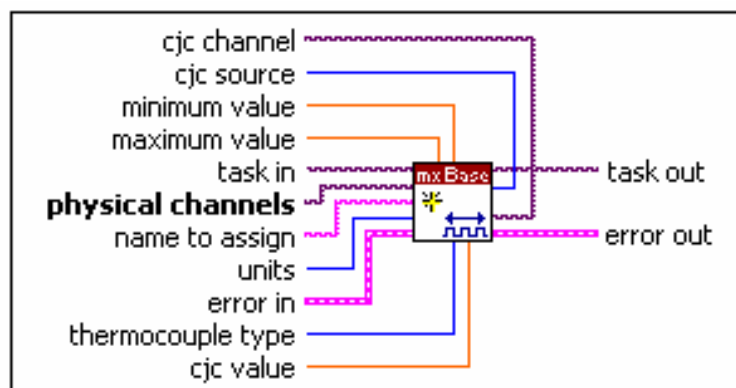


Figura 25.- VI anomenat “DAQmxBase Create Channel”, específic per la targeta NI-9211.

Les dades de temperatura són calculades tenint en compte la no linealitat de la sensibilitat dels termoparells a partir del voltatge mesurat, el qual resulta una avantatge atès que no cal utilitzar taules tabulades o funcions polinòmiques complexes per calcular dita temperatura, doncs la funció VI “DAQmxBASE read” et dona directament el valor en °C de la temperatura.

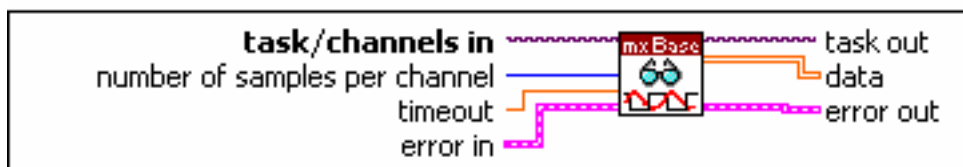


Figura 26.- VI anomenat “DAQmxBASE read” el qual llegeix les dades de la targeta i dona el valor de temperatura del termoparell en °C.

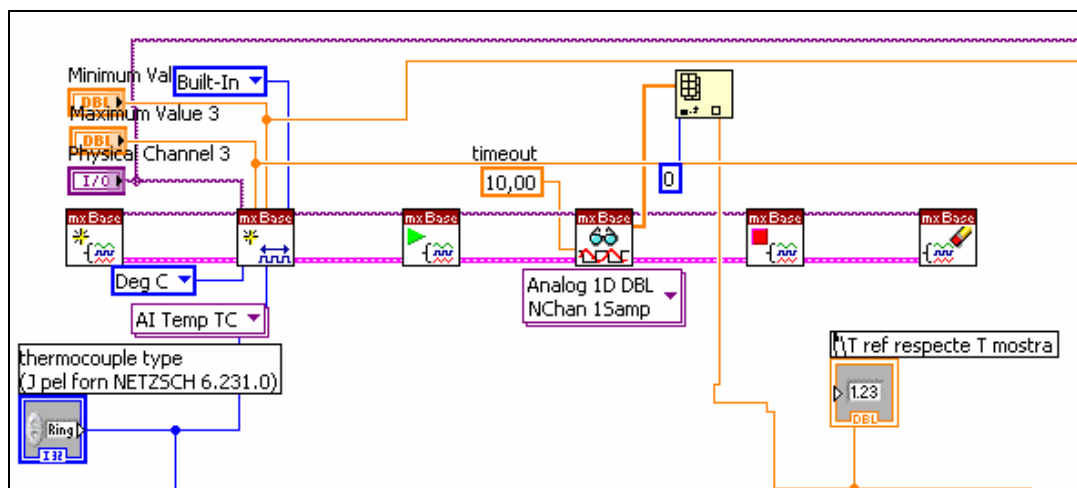


Figura 27.- Seqüència sencera per la configuració i adquisició de dades de la targeta NI-9211.

## 5.5 Programació del controlador PID

El controlador del forn Eurotherm model 3216 es comunica amb l'ordinador a través del port sèrie RS-232 i es programa mitjançant l'aplicació informàtica. El protocol de comunicació és el Modbus. Les adreces de comunicació Modbus amb cada un dels paràmetres del controlador estan definides en el manual d'enginyeria de l'annex.

L'aplicació informàtica triga uns 10 segons en comunicar-se i programar el controlador, que immediatament comença a escalfar el forn amb les rampes de temperatura definides en l'aplicació. El controlador atura el calentament del forn al finalitzar les rampes i isotermes programades. Les temperatures límit i d'alarma definides en el programa informàtic també programen les temperatures límit i alarmes del controlador, d'aquesta manera si l'ordinador falla pel motiu que fos; el controlador protegiria al forn d'un sobrecaientament que el pugi danyar.

## - Front Panel

El Front Panel s'ha realitzat de la manera més simple i entenedora possible per als usuaris.

Els usuaris únicament han de definir els paràmetres imprescindibles:

- Rampes de temperatura (si l'usuari realitza l'assaig normal de temperatura ambient a 300°C la rampa està definida correctament per defecte).
- Tipus de termoparell del forn (que pel forn NETZSCH 6.231.0 és de tipus J i així s'ha definit per defecte).
- Límits de temperatura i d'alarma (si l'usuari realitza l'assaig normal de temperatura ambient a 300°C aquestes temperatures ja estan definides correctament per defecte).

Al costat de cada control anteriorment esmentats i ha un indicador amb la resposta del controlador indicant el valor programat. D'aquesta manera es pot observar com el programador PID s'ha programat correctament.

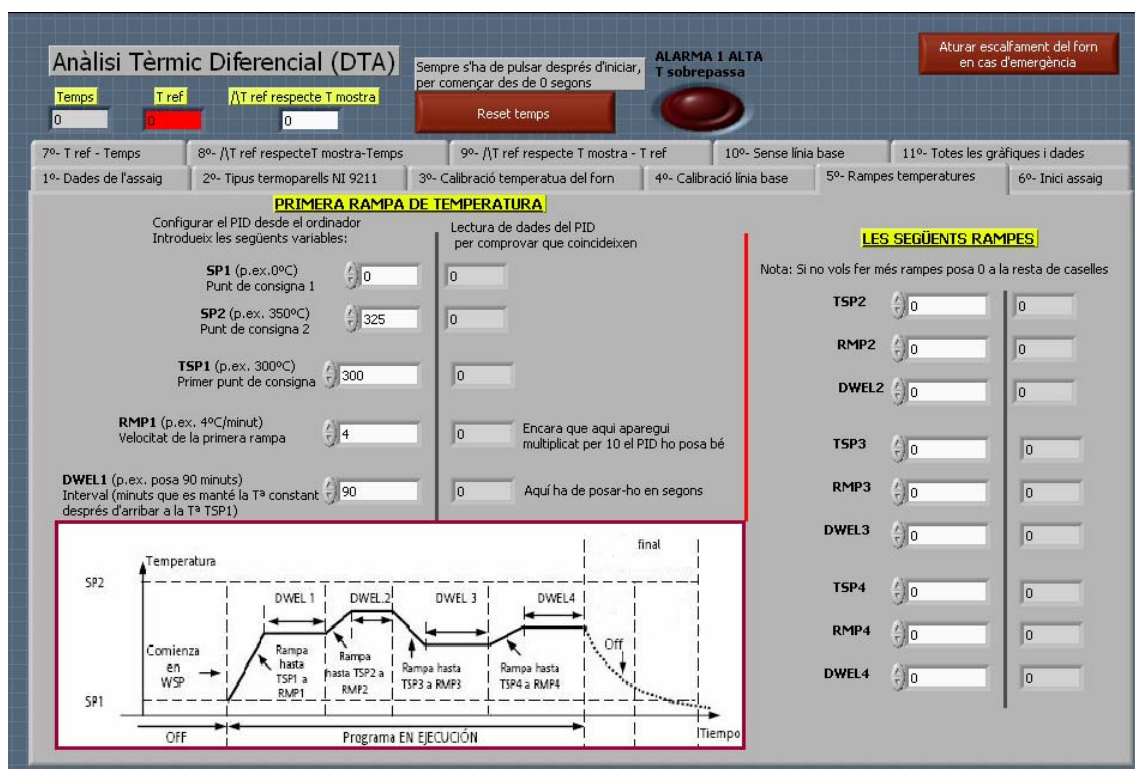


Figura 28.- Pantalla de programació de les rampes de temperatura.



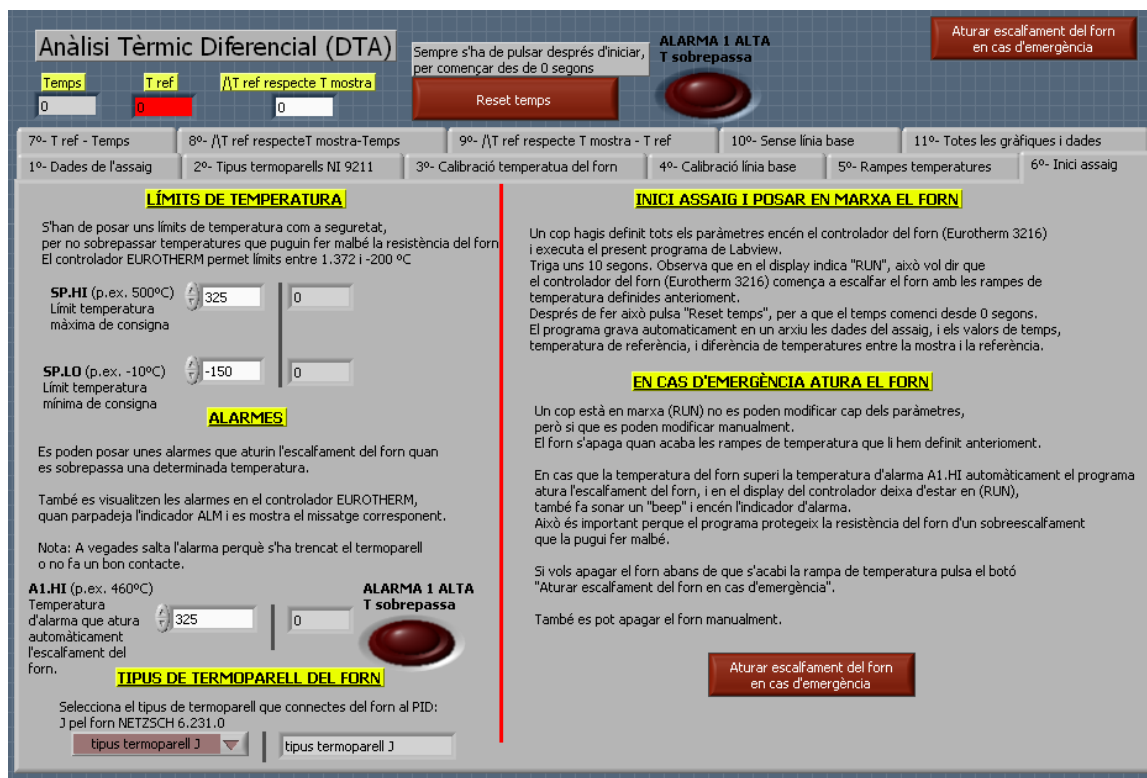


Figura 29.- A la part esquerra de la pantalla es defineixen les temperatures límit, d'alarma i del tipus de termoparell del forn.

- Block Diagram:

Els paràmetres que no ha definit l'usuari en el Front Panel el programa els defineix per defecte com per exemple les unitats de les temperatures (en °C), unitats de temps (s'ha definit minuts:segons), velocitats de comunicació de dades (9600 baud rate), mode de "configuració" o "normal" que s'ha d'escollir per definir determinats paràmetres, mode de rampes de temperatura (s'ha definit el mode programació), tipus de final de rampes (s'ha definit que quan acabi les rampes definides deixi de calentar (off)), etc.

La unitat bàsica de programació s'anomena "et3500 Utility Write To Register", que com a entrada té l'adreça Modbus corresponent al paràmetre a programar i la opció o valor programat.

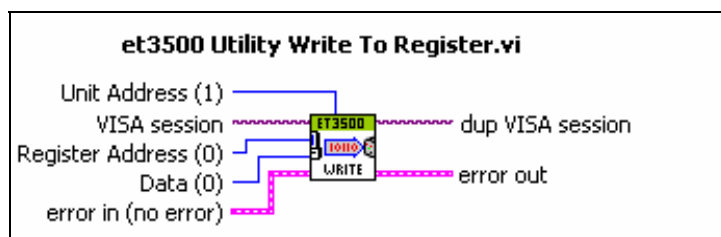


Figura 30.- VI anomenat "et3500 Utility Write To Register".



## 5.6 Gràfiques

El Labview permet visualitzar molt tipus de gràfics en temps real. En el programa es visualitzen les següents gràfiques:

- Temperatura de referència - Temps
- Increment de la temperatura de referència respecte la temperatura de la mostra - Temps
- Increment de la temperatura de referència respecte la temperatura de la mostra – Temperatura de referència (corba DTA), restant la línia base.
- Increment de la temperatura de referència respecte la temperatura de la mostra – Temperatura de referència (corba DTA), sense restar la línia base.

## 6. EXPERIÈNCIES AMB POLÍMERS

### 6.1 Procediment dels assaigs

S'han realitzat assaigs de varis polímers per comprovar el correcte funcionament de la modernització del equip de DTA de baixa temperatura. S'han repetit els assaigs per demostrar la reproduïbilitat i també s'han comparat els resultats obtinguts experimentalment amb gràfics realitzats amb altres equips comprovant la veracitat dels resultats obtinguts.

Es procedeix en primer lloc en connectar tots els elements del equip i posar-los en marxa. Es dipositen en el forn les mostres sobre gressols d'alumini excepte la mostra de referència que es posa únicament el gressol d'alumini buit. Per obtenir una bona lectura la superfície de contacte entre la mostra i el gressol ha de ser la màxima possible.

Les mostres de polímer estan guardades en recipients hermètics per evitat que la l'aire els contaminin i que la humitat les hidrati. Les mostres no s'han de tocar amb les mans doncs s'embrutarien, s'han de manipular amb pinces per evitat la seva contaminació. Un cop dipositades les mostres en el forn aquest es tanca i es posa el cilindre de protecció.

S'introdueixen els paràmetres de l'assaig al programa informàtic, indicant el nom del arxiu a on es gravaran els punts de la corba DTA, les rampes de temperatura, etc. Es comprova que els paràmetres dels equips estiguin correctament definits (termoparells de tipus J, calibració temperatura fusió de l'indi 160°C, línia base definida amb un polinomi, temperatures límit, temperatura d'alarma, etc). Tots aquests paràmetres ja estan bé per defecte, per aquest equip de DTA.

Un cop revisat que tot estigui ben connectat i configurat s'executa el programa informàtic. S'observa com l'ordinador es comunica amb el controlador Eurotherm i aquest comença a escalfar el forn (posant-se en mode "RUN").

Al iniciar-se l'assaig s'ha de prémer el botó del programa "Reset temps", per a que començar des de 0 segons. S'observen en temps real les dades de temps, temperatura de referència i diferència de temperatures, i es representen totes les gràfiques corresponents.

Per aturar l'assaig s'ha de prémer el botó "Aturar calentament del forn". En cas que accidentalment falli el subministrament elèctric les dades gravades en l'arxiu fins aquell moment no es perdran. Tampoc es perdran les dades gravades en l'arxiu informàtic si per error es realitza un altre assaig en el mateix arxiu doncs dites dades es gravaran a continuació de les anteriors sense esborrar-les.

Si s'haguessin definit incorrectament les rampes de temperatura o les temperatures límit i es superessin les temperatures d'alarma pel motiu que sigui, el programa aturaria automàticament el calentament del forn, tant si es supera la temperatura del forn com la temperatura de la mostra de referència. S'observaria com parpelleja la llum d'alarma del controlador Eurotherm i la llum d'alarma del programa informàtic i s'escoltaria una

alarma acústica. També es pot aturar el calentament del forn en prémer el botó “Aturar calentament del forn en cas d'emergència”. Aquests sistemes de seguretat disminueixen el risc de fer malbé la resistència del forn per sobreescalfament. S'han provat el funcionament d'aquestes mesures de seguretat i funcionen correctament.

Al finalitzar les rampes de temperatura definides el calentament del forn s'atura automàticament. Finalment es disposa de totes les gràfiques que es poden copiar a un full de text, base de dades o software d'imatges. També es disposa de totes les dades gravades en un arxiu informàtic, les quals es poden utilitzar en un full de càlcul o d'estadística per fer els càlculs o gràfics que es considerin oportuns.

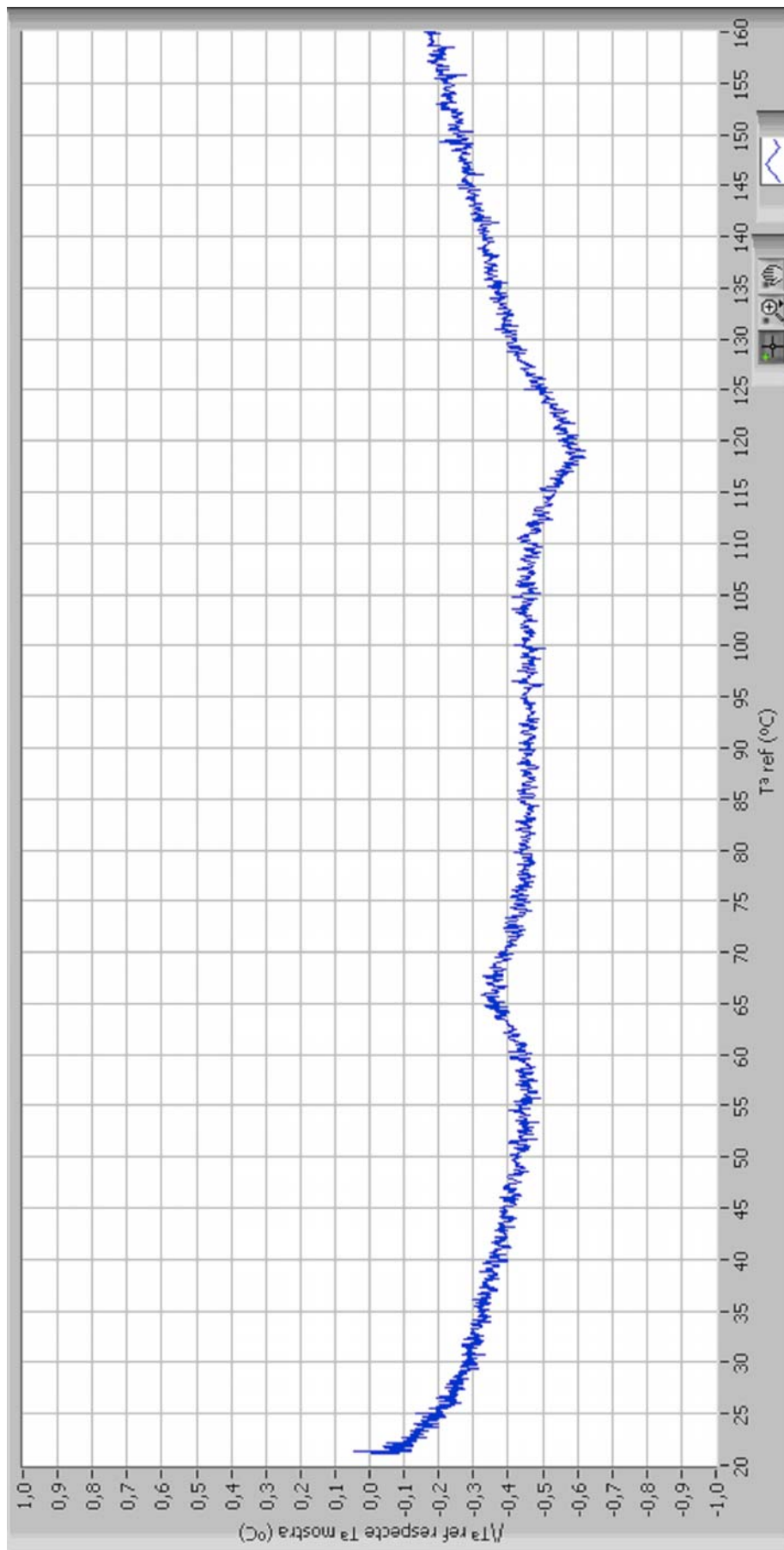
## 6.2 Resultats

### 6.2.1 Polímer 076-2

Es realitza l'assaig DTA per el polímer 076-2, de temperatura ambient fins a 160°C, amb una velocitat d'escalfament de 4°C/minut, comprovant la correspondència amb una corba DSC realitzat per un altre equip.

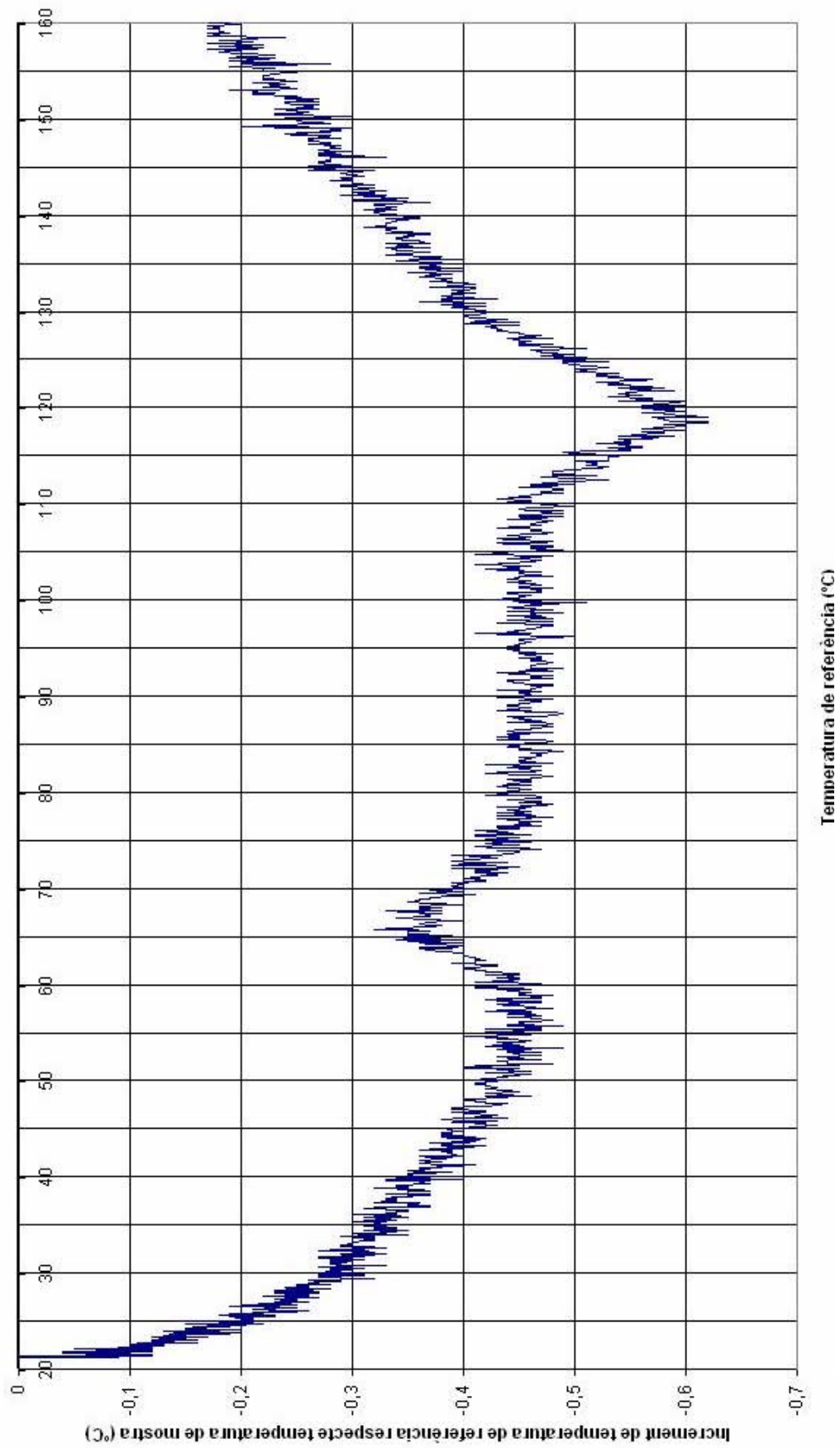


Foto 9.- Polímer 076-2, s'observa la granalla abans del assaig i la mostra en els gressols després de l'assaig.

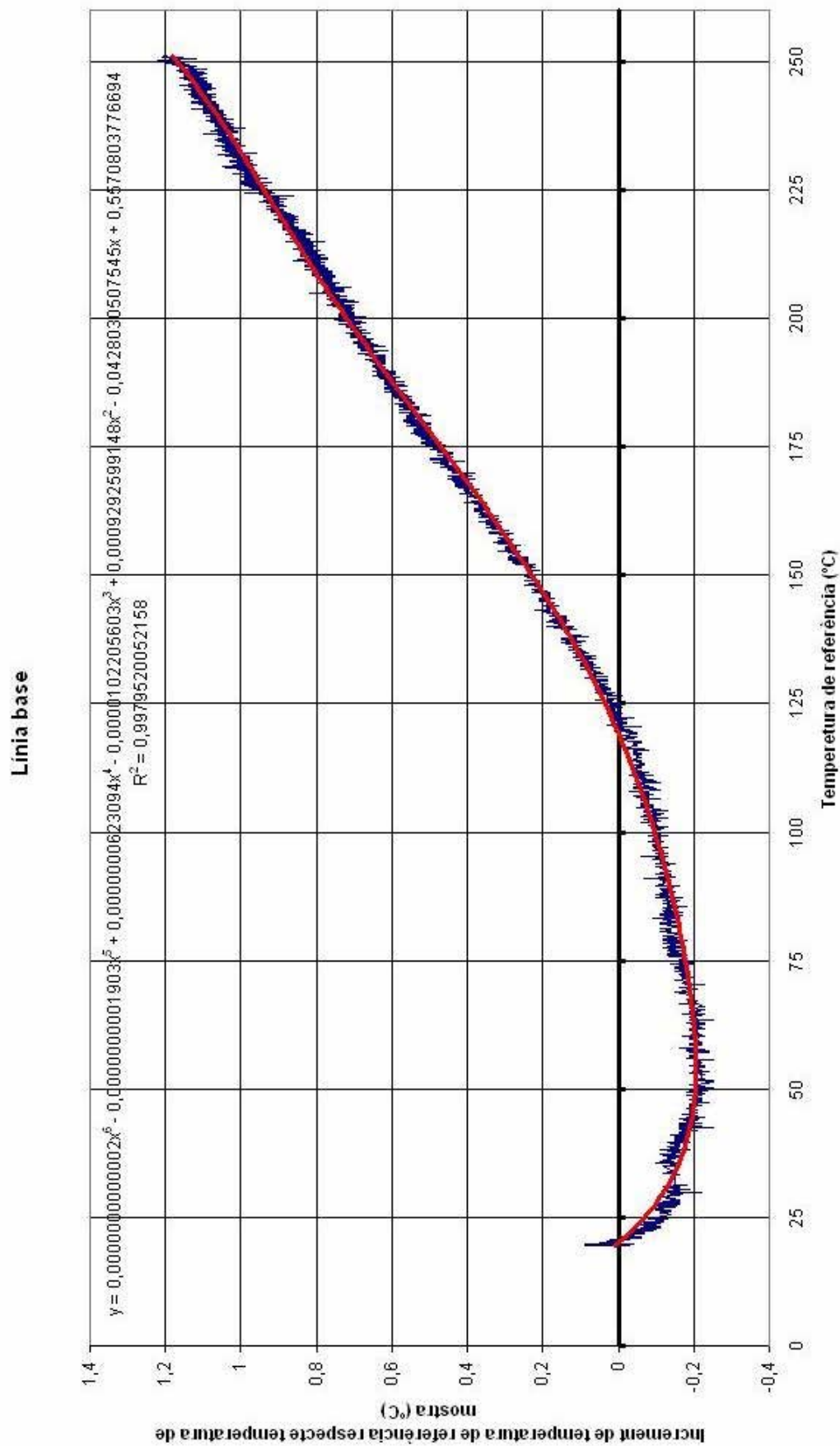


Gràfica 1.- Polímer 076-2, corba DTA sense restar la línia base realitzada pel programa informàtic.

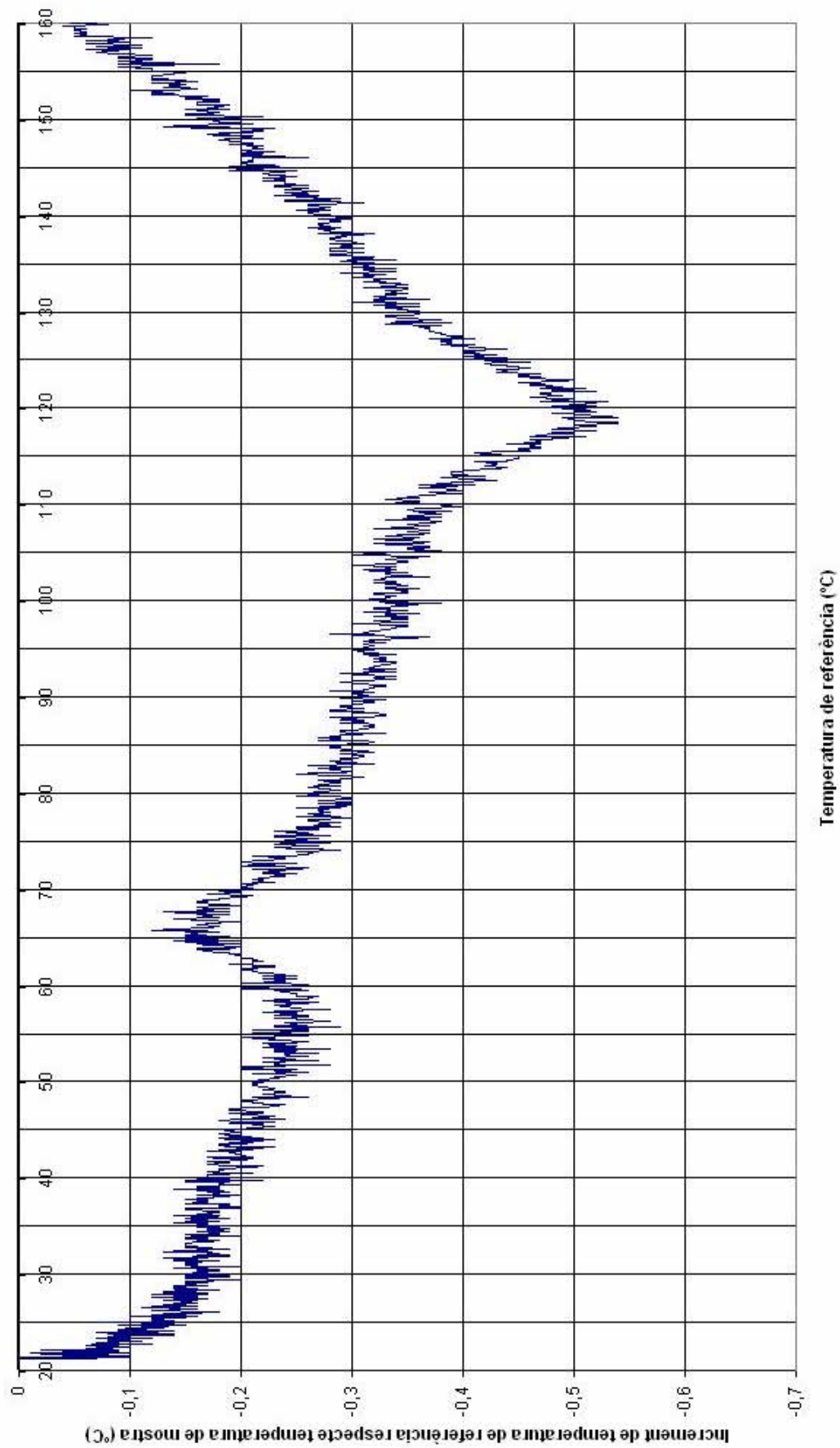
S'observa lleugerament la  $T_g$  als 60°C aproximadament, i la cristallització s'inicia als 110°C amb el pic en els 118°C aproximadament.



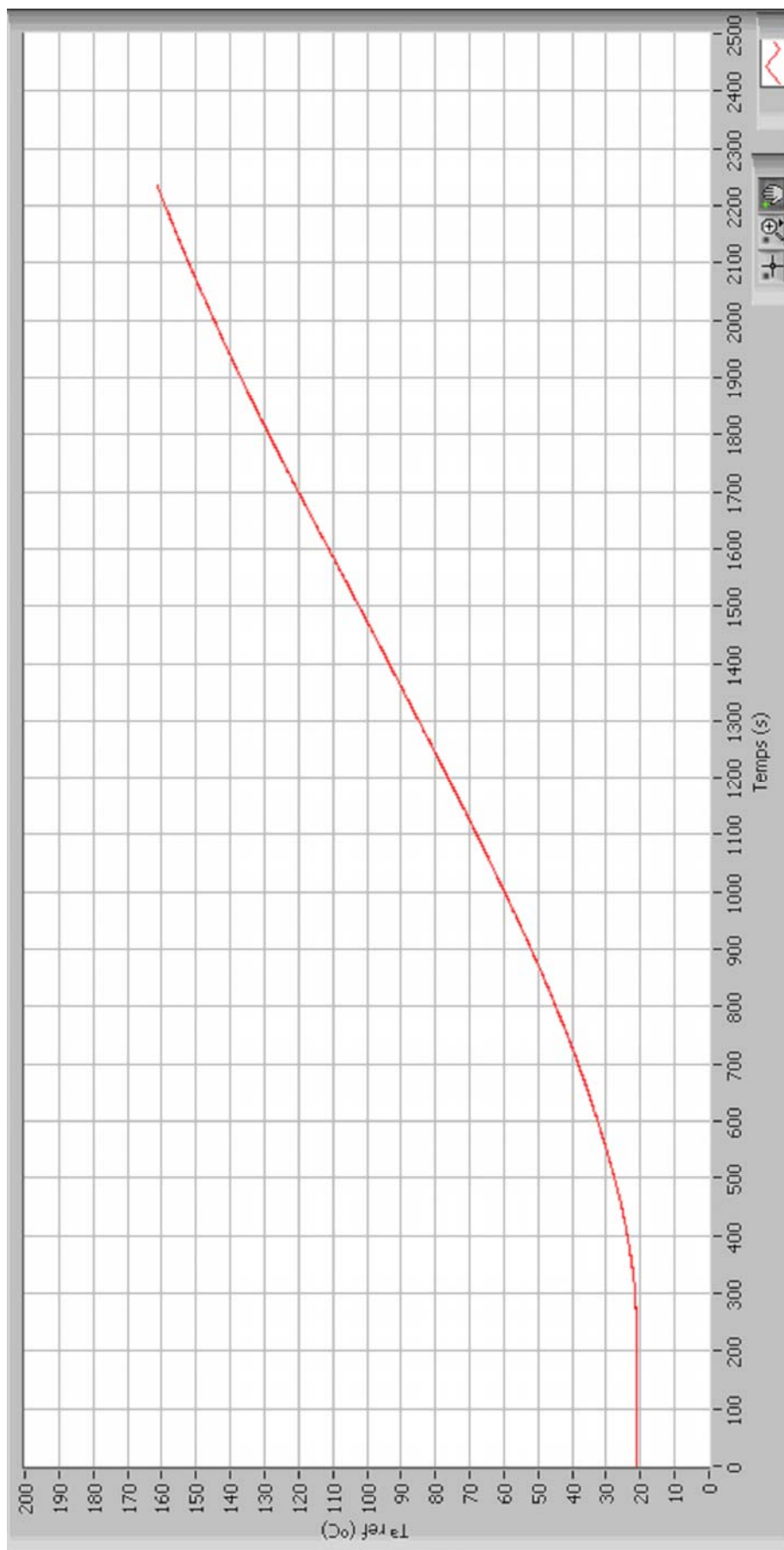
Gràfica 2.- Polímer 076-2, corba DTA sense restar la línia base. S'observa lleugerament la Tg als 60°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 118°C amb el pic en els 118°C aproximadament.







Gràfica 4.- Polímer 076-2, corba DTA restant la línia base. S'observa lleugerament la  $T_g$  als 60°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 110°C amb el pic en els 118°C aproximadament.

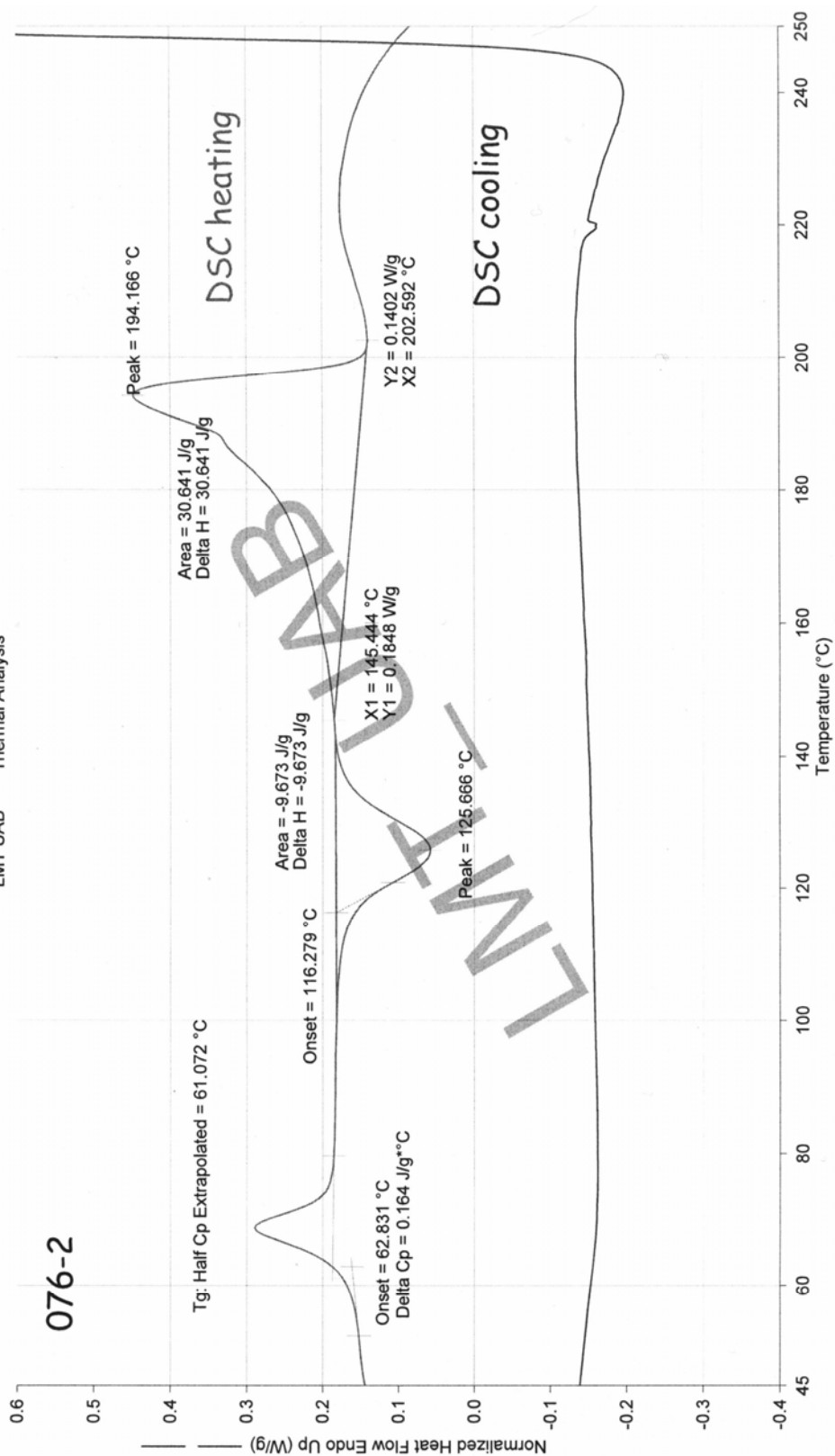


Gràfica 5.- Polímer 076-2, rampa de temperatura de referència del assaig DTA.



Sample ID: URSA

LMT UAB Thermal Analysis



30/08/2006 0:13:59

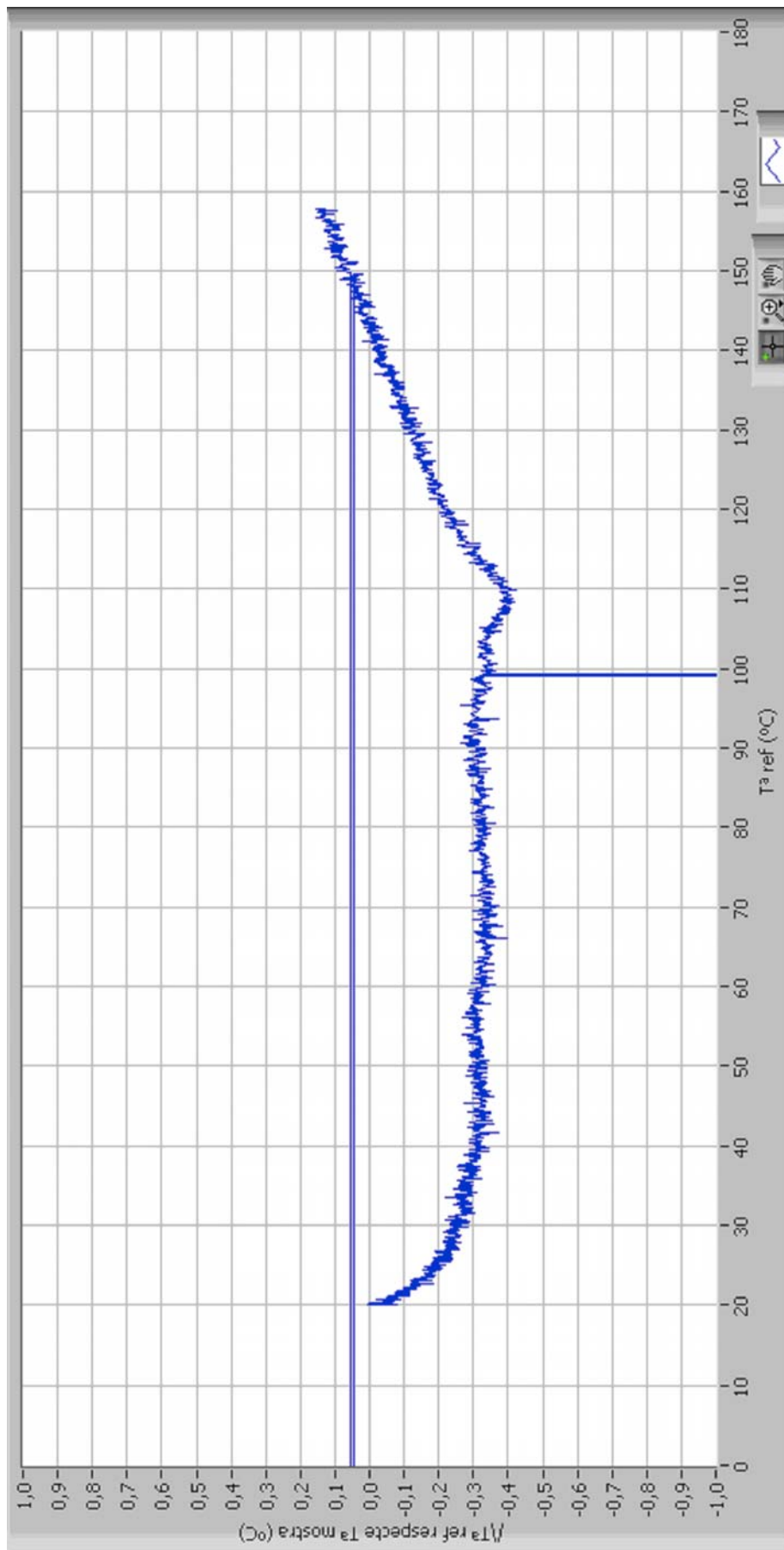
Gràfica 6.- Polímer 076-2, corba DSC.

### 6.2.2 Polímer V-2

Es realitza l'assaig DTA per el polímer V-2, de temperatura ambient fins a 160°C, amb una velocitat d'escalfament de 4°C/minut, restant la línia base i sense restar la línia base, comprovant la correspondència amb una corba DSC realitzada per un altre equip.

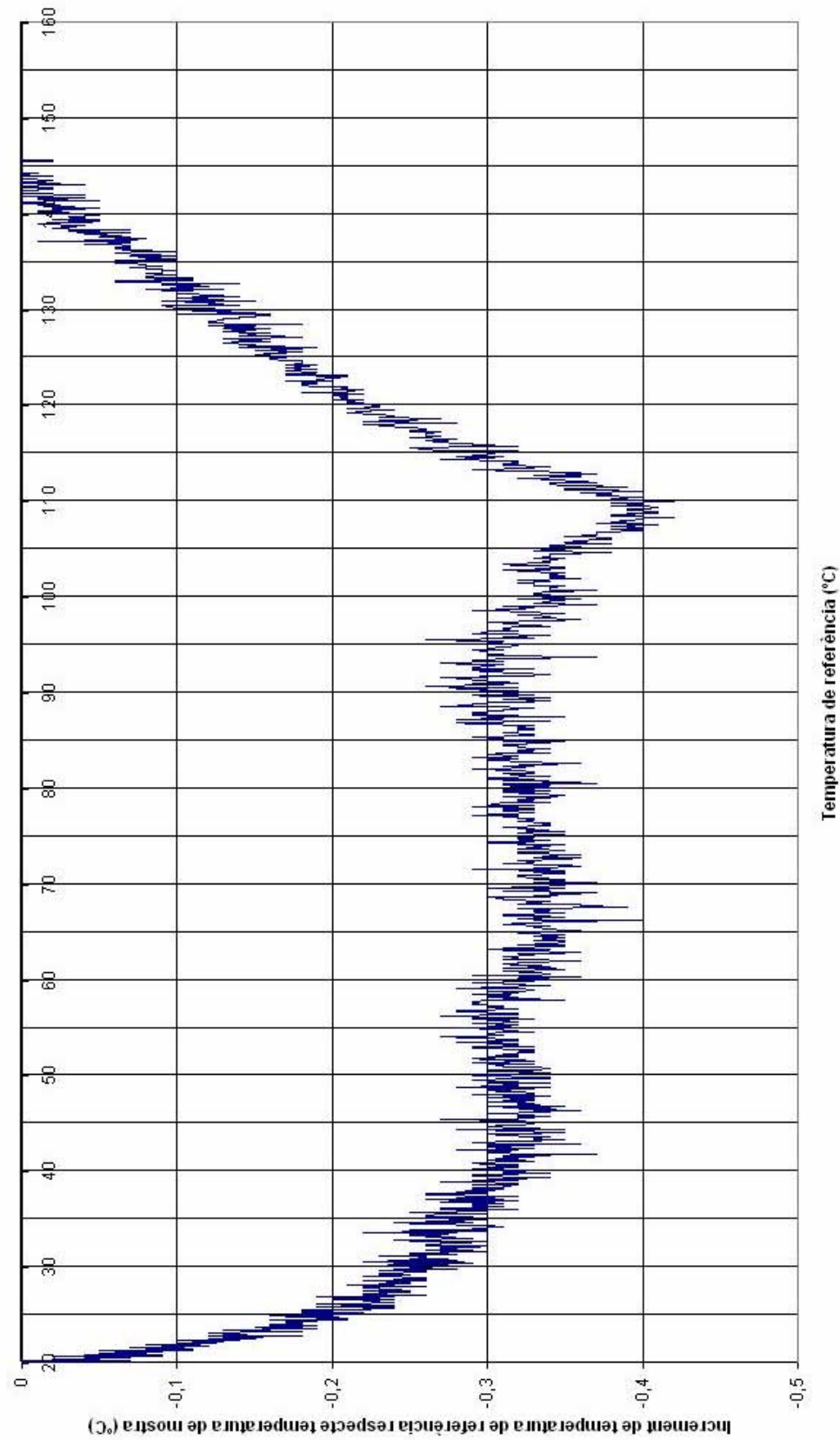


Foto 10.- Polímer V-2, s'observa la granalla abans del assaig i la mostra en els gressols després de l'assaig.



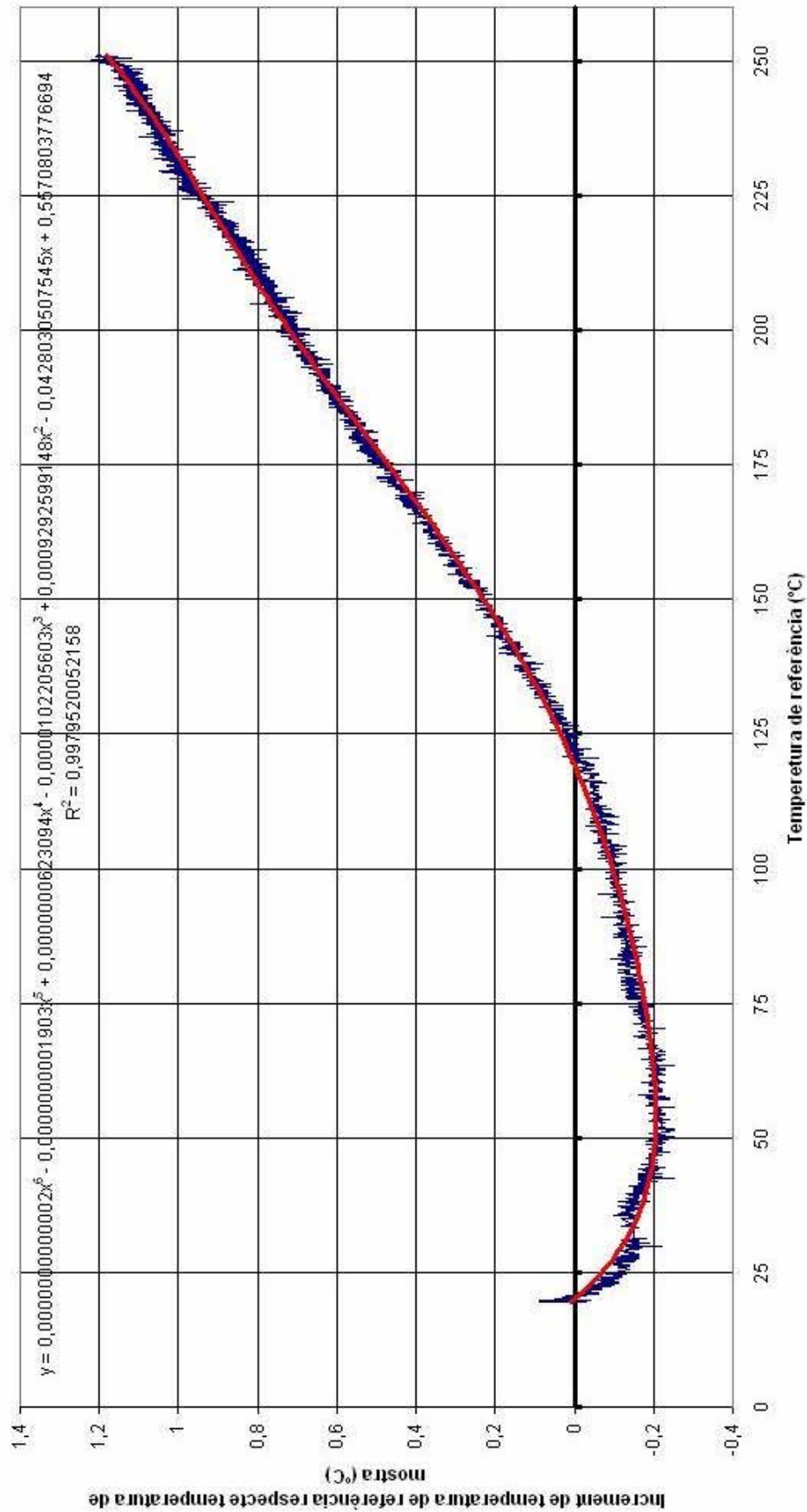
Gràfica 7.- Polímer V-2, corba DTA sense restar la línia base realitzada pel programa informàtic.

S'observa lleugerament la  $T_g$  als 50°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 109°C amb el pic en els 109°C aproximadament.

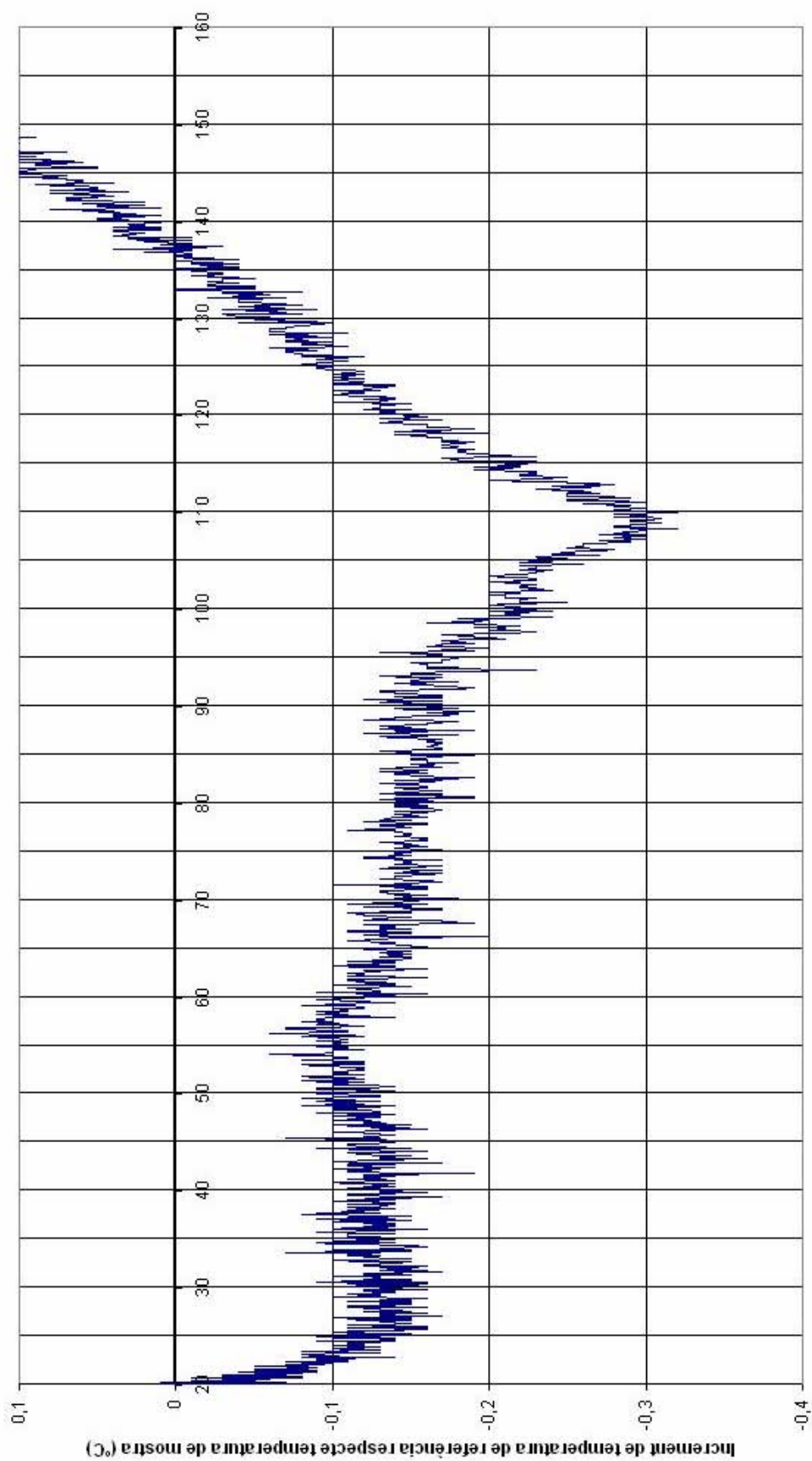


Gràfica 8.- Polímer V-2, corba DTA sense restar la línia base. S'observa lleugerament la  $T_g$  als 50°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 105°C amb el pic en els 109°C aproximadament.

### Línia base



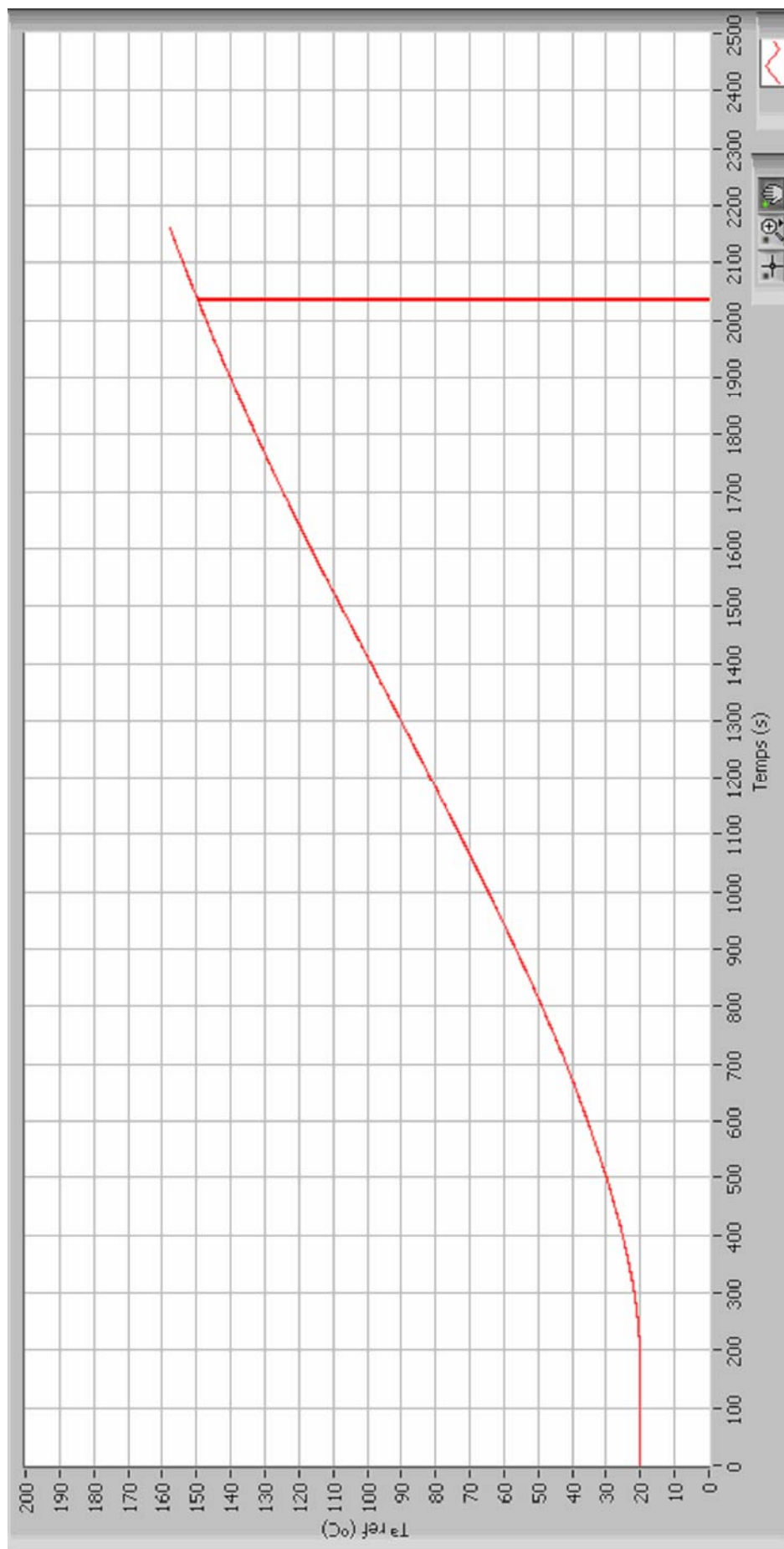
Gràfica 9.- Línia base.



Temperatura de referència (°C)

Gràfica 10.- Polímer V-2, corba DTA restant la línia base. S'observa lleugerament la  $T_g$  als 50°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 105°C amb el pic en els 109°C aproximadament.

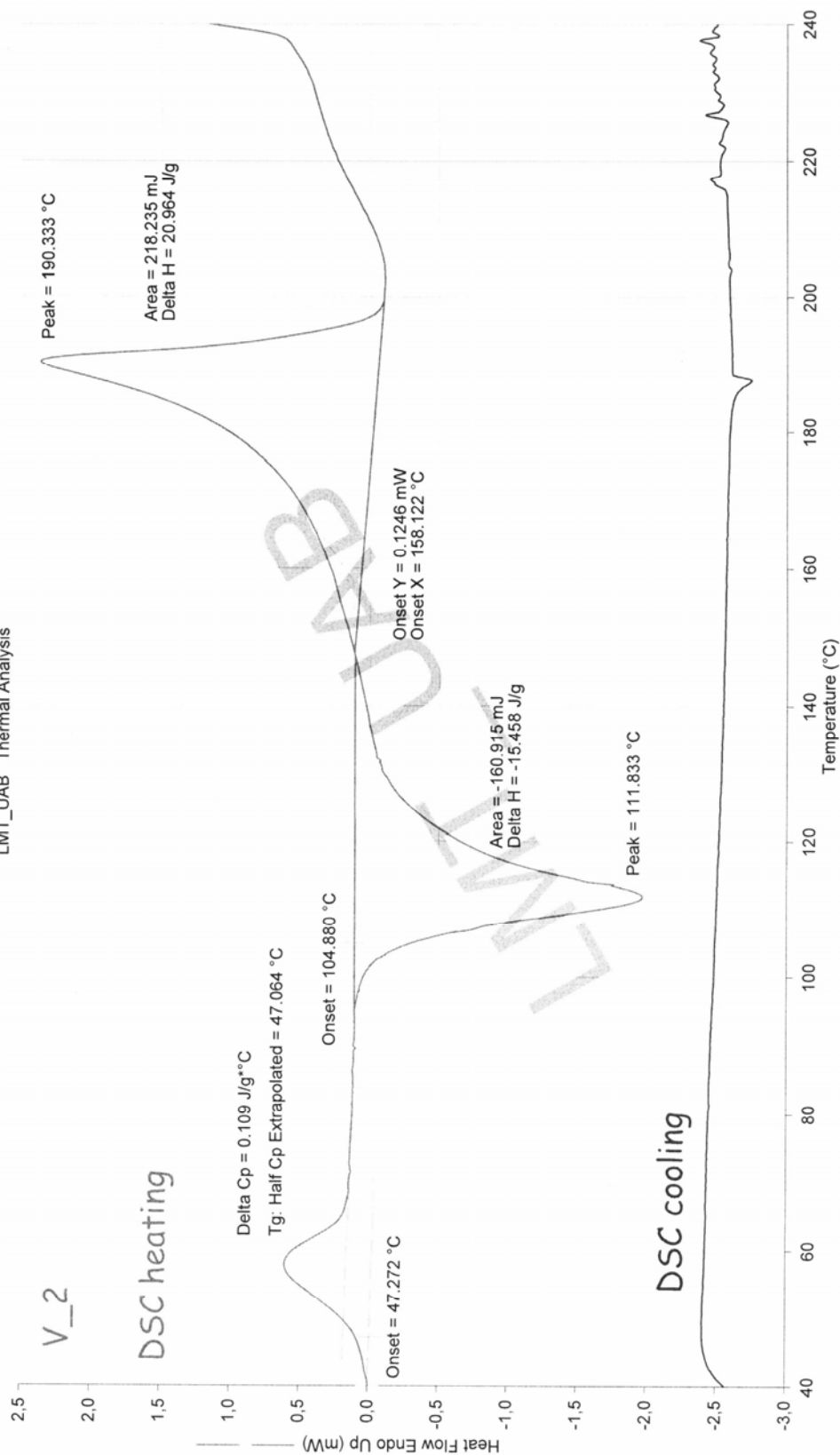




Gràfica 11.- Polímer V-2, rampa de temperatura de referència del assaig DTA.

Sample ID: URSA

LMT\_UAB Thermal Analysis



23/07/2007 16:25:03

1) Heat from 35.00°C to 245.00°C at 10.00°C/min

2) Cool from 245.00°C to 35.00°C at 10.00°C/min

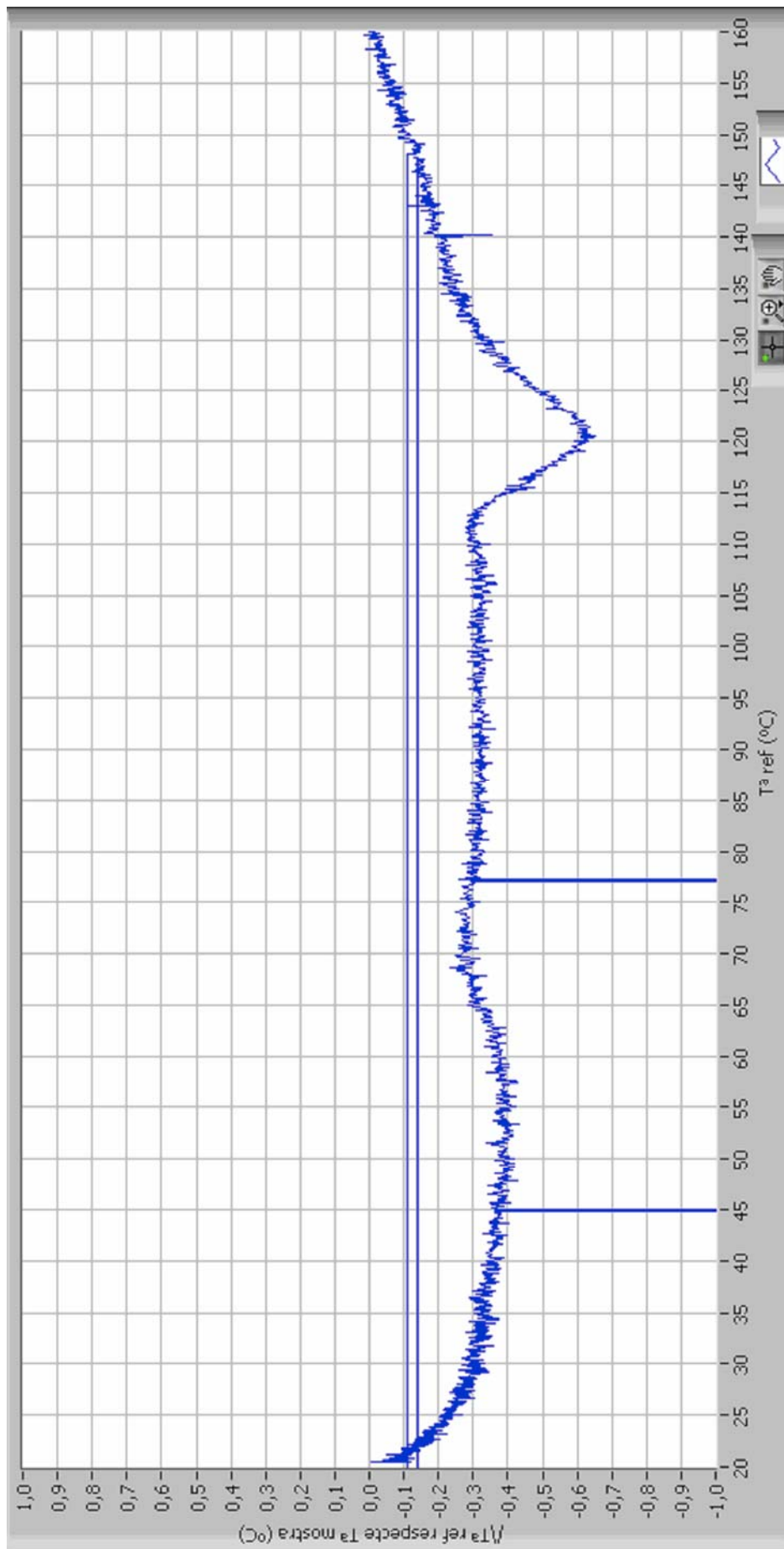
Gràfica 12.- Polímer V\_2, corba DSC.

### 6.2.3 Polímer N-1

Es realitza l'assaig DTA per el polímer N-1, de temperatura ambient fins a 160°C, amb una velocitat d'escalfament de 4°C/minut, comprovant la correspondència amb una corba DSC realitzat per un altre equip.

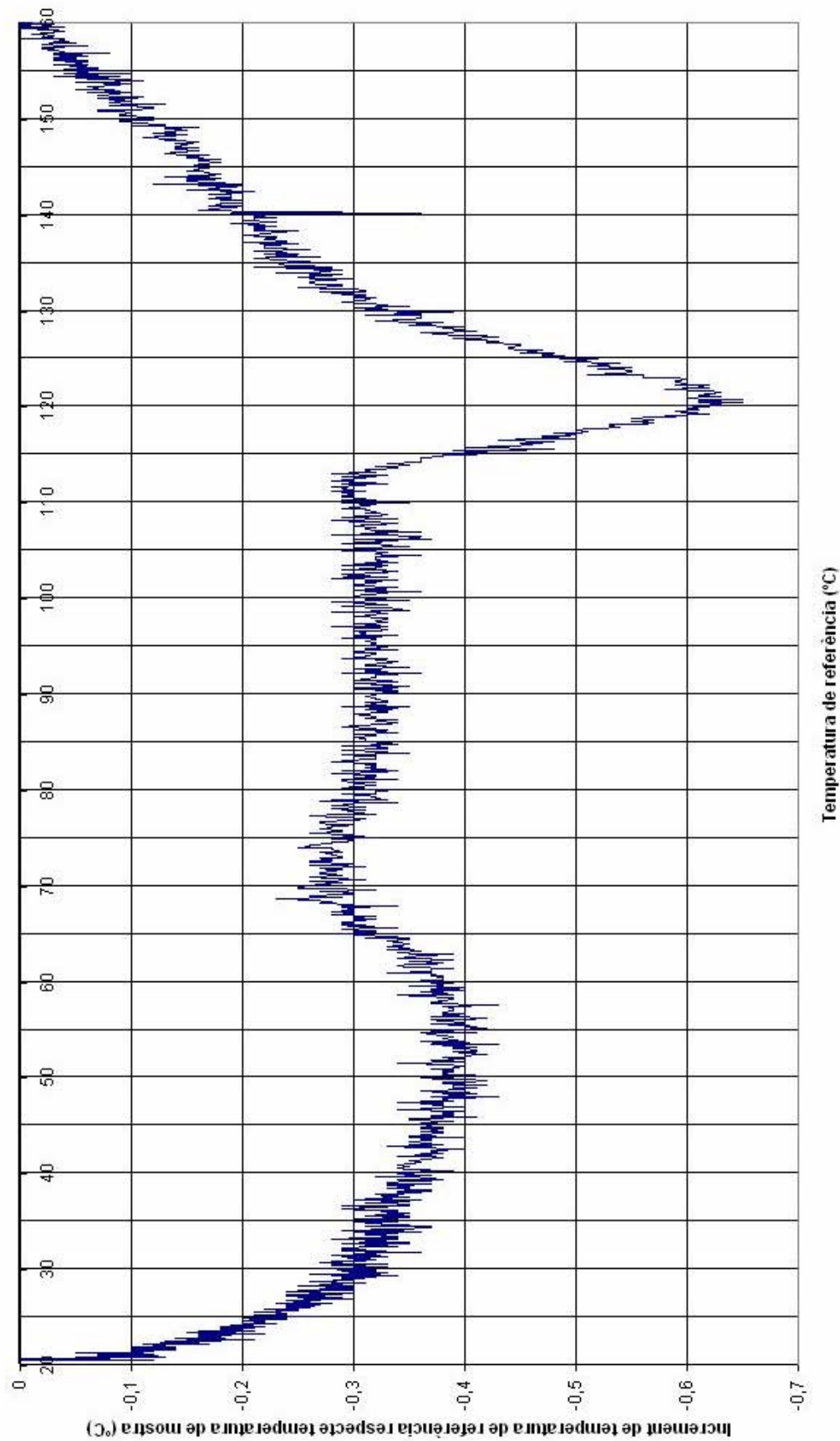


Foto 11.- Polímer N-1, s'observa la granalla abans del assaig i la mostra en els gressols després de l'assaig.

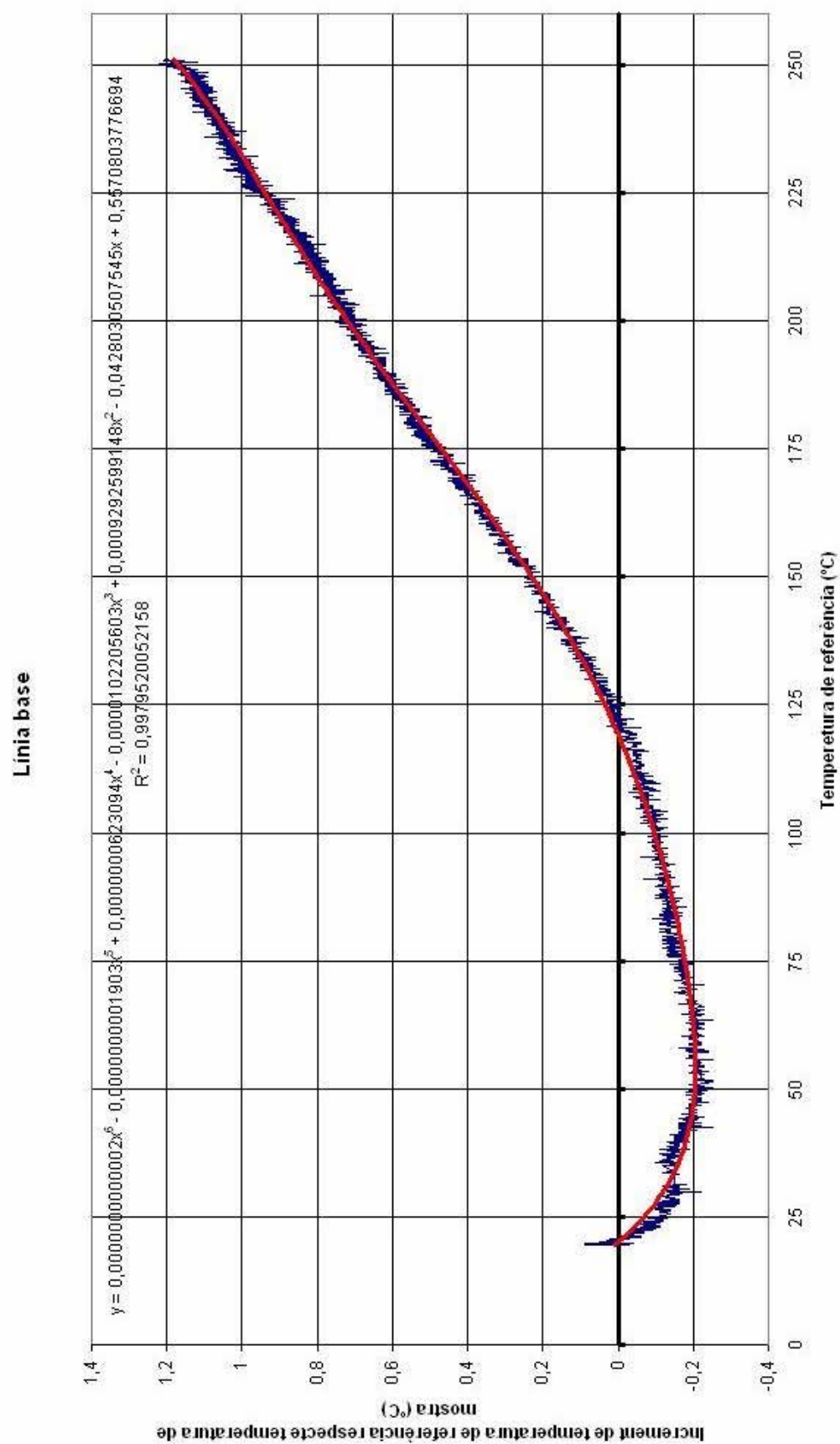


Gràfica 13.- Polímer N-1, corba DTA sense restar la línia base realitzada pel programa informàtic.

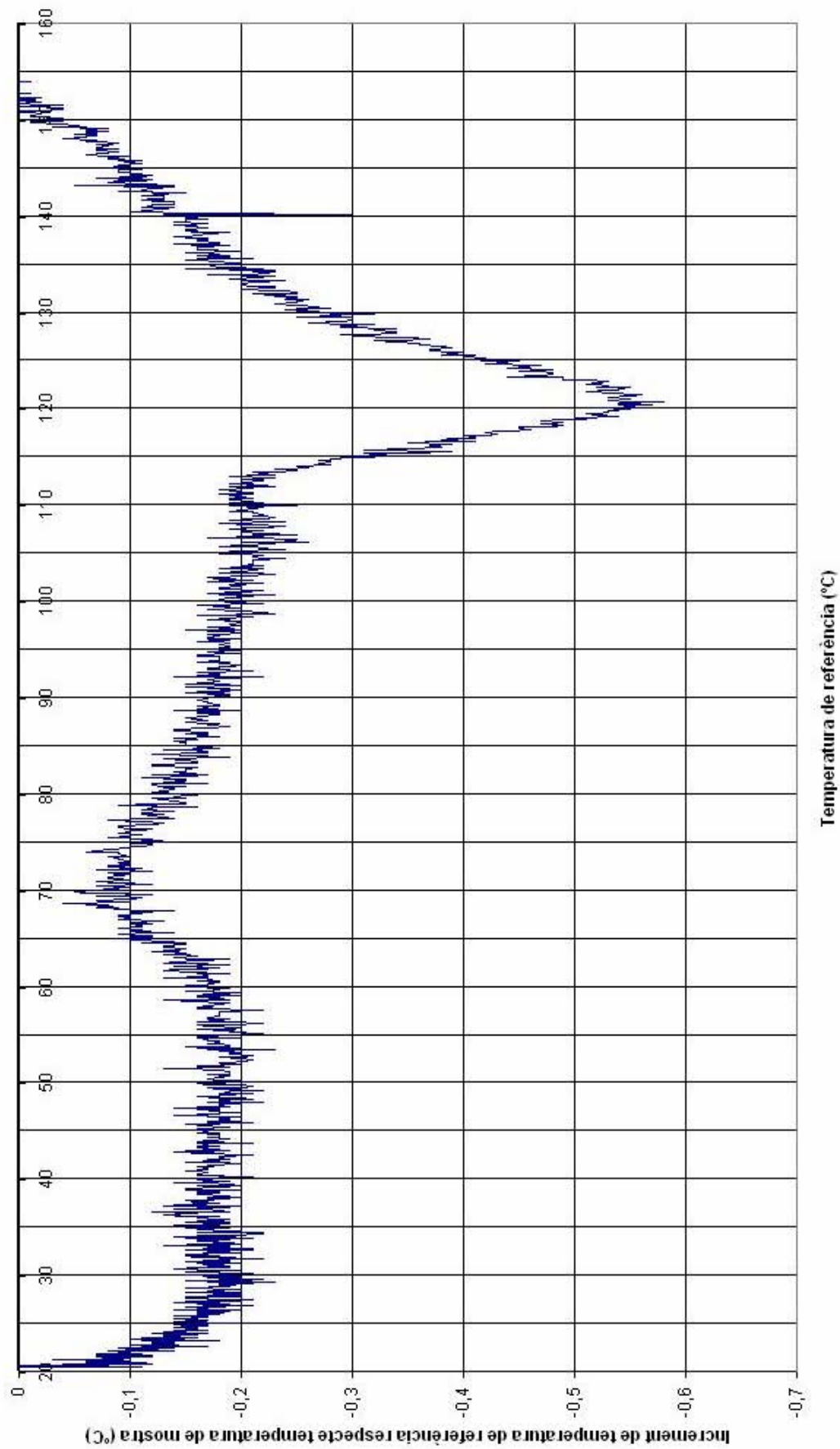
S'observa lleugerament la  $T_g$  als 60°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 113°C amb el pic en els 121°C aproximadament.



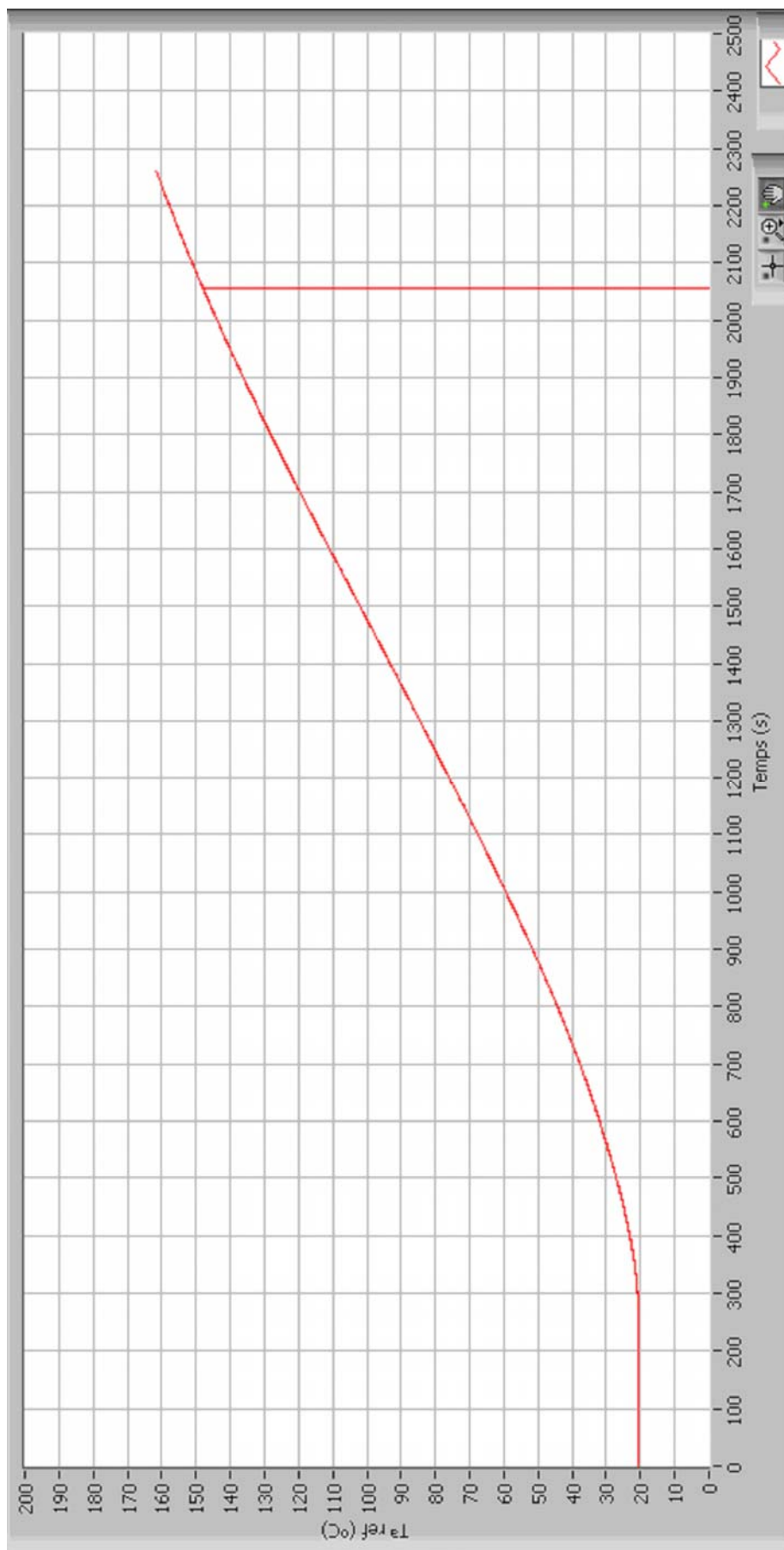
Gràfica 14.- Polímer N-1, corba DTA sense restar la línia base. S'observa lleugerament la  $T_g$  als 60°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 113°C amb el pic en els 121°C aproximadament.





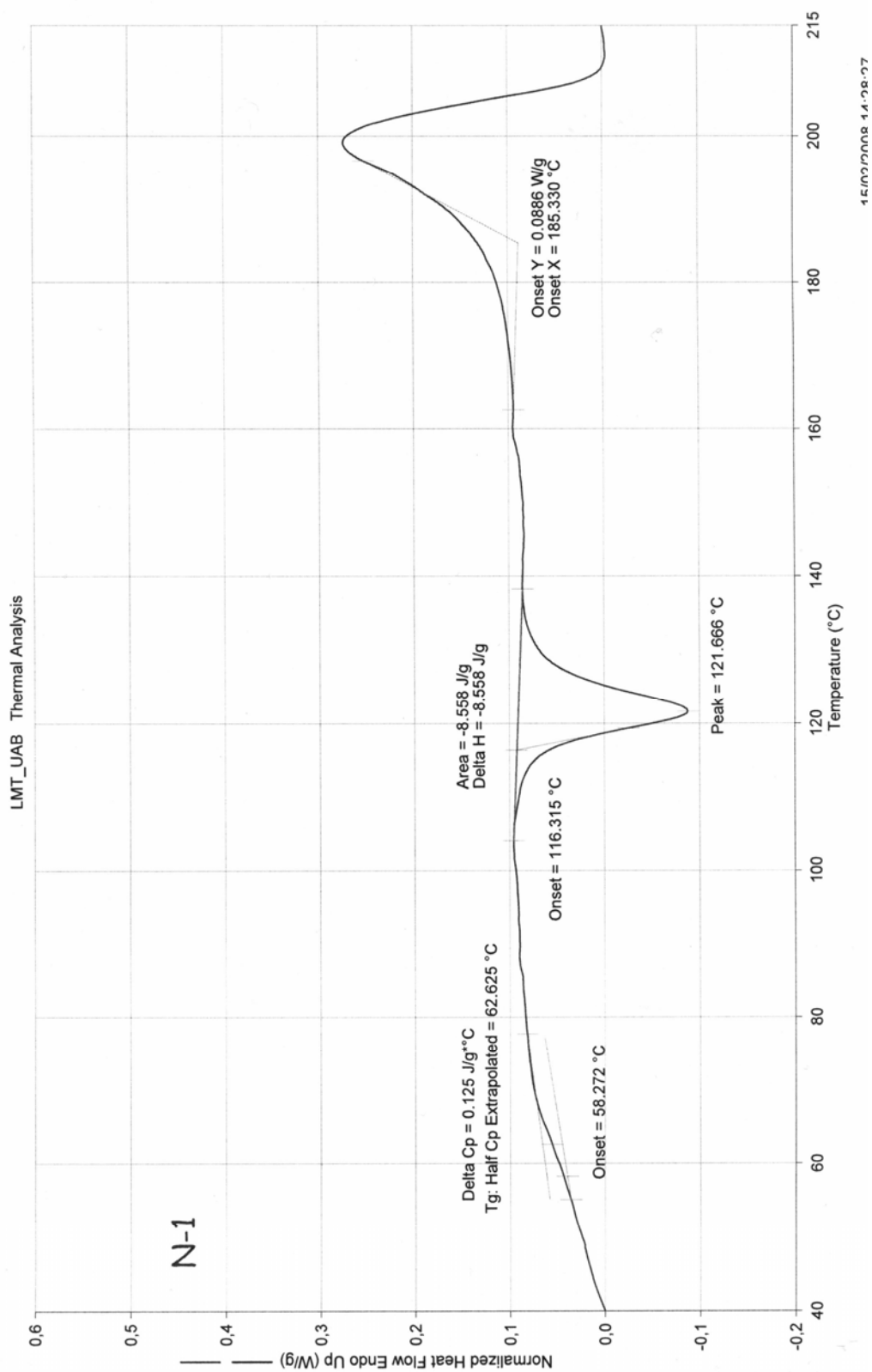


Gràfica 16.- Polímer N-1, corba DTA restant la línia base. S'observa lleugerament la  $T_g$  als 60°C aproximadament, i la cristal·lització s'inicia als 121°C amb el pic en els 121°C aproximadament.



Gràfica 17.- Polímer N-1, rampa de temperatura de referència del assaig DTA.

Sample ID: URSA



Gràfica 18.- Polímer N-1, corba DSC. S'observa que la Tg s'aprecia millor en l'assaig DTA per visualitzar-se la corba Des de la temperatura ambient, permetent distingir millor dita temperatura.

## 7. CONCLUSIONS

S'ha modernitzat un equip d'anàlisi tèrmica diferencial per a mesures d'estabilitat tèrmica de polímers realitzant un programa informàtic mitjançant Labview que permet programar un controlador d'un forn i adquirir les dades de l'assaig mitjançant una targeta adquiridora de dades. S'ha implementat en un equip del laboratori, s'ha calibrat i s'han realitzat varis assaigs experimentals comprovant el seu correcte funcionament.

S'han repetit els assaigs per comprovar la reproducibilitat i s'han comparat els resultats amb gràfics realitzats amb altres equips comprovant la correlació dels resultats obtinguts. Es fa constar que no és objectiu d'aquest projecte optimitzar la senyal ni l'estudi de propietats de les mostres assajades sinó comprovar el correcte funcionament del programa informàtic creat per controlar el forn i adquirir dades, el qual s'ha assolit satisfactòriament. En conclusió, s'han aconseguit els objectius del projecte.

Com a possibles ampliacions del projecte es podria ampliar el rang de temperatures de treball. Mitjançant un recipient amb nitrogen líquid es pot baixar la temperatura d'inici de l'assaig, i utilitzant un equip de buit per evitar condensacions d'humitat a l'interior del forn que poguessin distorsionar els resultats. Això és molt interessant atès que alguns polímers tenen una temperatura de transició vítria per sota dels 0°C. D'aquesta manera s'aprofitaria la avantatge que té aquest equip de DTA respecte al equip de DSC el qual no pot treballar a temperatures inferiors a la del medi ambient.

## 8. REFERÈNCIES BIBLIOGRÀFIQUES

[1] Labview Fundamentals Manual, Version 8.0, August 2005.

[2] Labview Measurements Manual, April 2003.

[3] NI-DAQ (Data Adquisition System) mx Base 3.x getting started guide.

[4] NI-DAQmx for USB Devices getting started guide.

[5] NI USB-9211 Thermocouple Input Devices, user guide and specifications.

Els anteriors documents es poden descarregar de la pàgina web oficial de National Instruments <http://www.ni.com>.

[6] R. Trejo, Sistema de adquisición de datos para ingeniería, guía de Labview Programación general y uso en Control, Proyecto de grado Universidad Estatal de California, Facultad de Ingenierías, 1997.

[7] Engineering Handbook Eurotherm PID Temperature Controllers 3100 and 3200 series, Issure 4.0 May-2007.

[8] H. Czichos, T. Saito, L. Smith, “Handbook of Materials Measurement Methods”, Ed. Springer, 2006.

[9] W. Callister, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Vol. 2, Fusión y fenómeno de transición vítrea, Ed. Reverté, 1996.

[10] M. D. Baró, S. Bordas, J. A. Ibáñez, J. E. Llebot, S. Suriñach, “Experiencias de termodinámica”, Ed. UAB, 1985.

## 9. AGRAÏMENTS

Primer vull agrair als meus tutors de projecte el Dr. Santiago Suriñach Cornet i el Dr. Pau Solsona Mateos per la oportunitat de realitzar el meu Projecte Final de Carrera en el Departament de Física, Grup de Física de Materials II i per disposar dels equipaments del Laboratori Docent de Tècniques Experimentals en Física III, per el seu interès personal mostrat i els consells per l'estudi del present treball.

Igualment vull agrair la col·laboració del tècnic especialista laboral Jordi López Santos especialment en el muntatge del controlador PID Eurotherm mod. 3216. També agraeixo a Juan Jose Courtade d'Eurotherm per facilitar-me el manual d'enginyeria del controlador, necessari per conèixer les adreces Modbus de comunicació amb l'ordinador.

Tanmateix vull agrair a David Oña de National Instruments per orientar-me en la solució de problemes de compatibilitat de software amb la targeta adquiridora de dades model NI-9211.

Autor:  
Felipe Pérez Garcia

Febrer 2009



## **10. ANNEX**

- Especificacions del forn NETZSCH Gerätebau – GmbH Selb – Bayer model: 6.231.0.
- Apartat 15.5 Parameter Modbus Addresses del Engineering Handbook Eurotherm PID Temperature Controllers 3100 and 3200 series, Issue 4.0 May-2007.
- Diagrama de blocs (Block Diagram) del programa informàtic.



Explanation to the illustrations of the measuring unit of the  
Low Temperature DTA Equipment  
-----

- 7.1 furnace
- 7.2 control thermocouple
- 7.3 screw socket *brindles de encafe*
- 7.4 table for cooling agent container
- 7.5 vacuum tank
- 7.6 support column
- 7.7 pump nozzle *boquilla de la bomba*
- 7.8 centering ring
- 7.9 heating-coil supply lines
- 7.10 adjusting knob *botón de ajuste*
- 7.11 cooling water connection
- 7.12 cooling water connection
- 7.13 furnace cover with heat protection system
- 7.14 control thermocouple output
- 7.15 furnace current input
- 7.16 cover
- 7.17 protection tube
- 7.18 knurled head nuts for protection tube
- 7.19 cooling agent container
- 7.20 measuring point output
- 7.21 vent holes *orificios de escape de vapor*
- 7.22 measuring head socket
- 7.23 soldering pans on measuring point output
- 7.24 differential thermocouple
- 7.25 measuring head rod
- 7.26 temperature thermocouple
- 7.27 bows of the differential thermocouple *arcos*
- 7.28 sleeve around measuring head rod
- 7.29 holding screw for measuring head
- 7.30
- 7.31 centering screws for measuring head fitting
- 7.32
- 7.33 thermocouple support
- 7.34 sample block
- 7.35 hollow screw for sample block *visita*

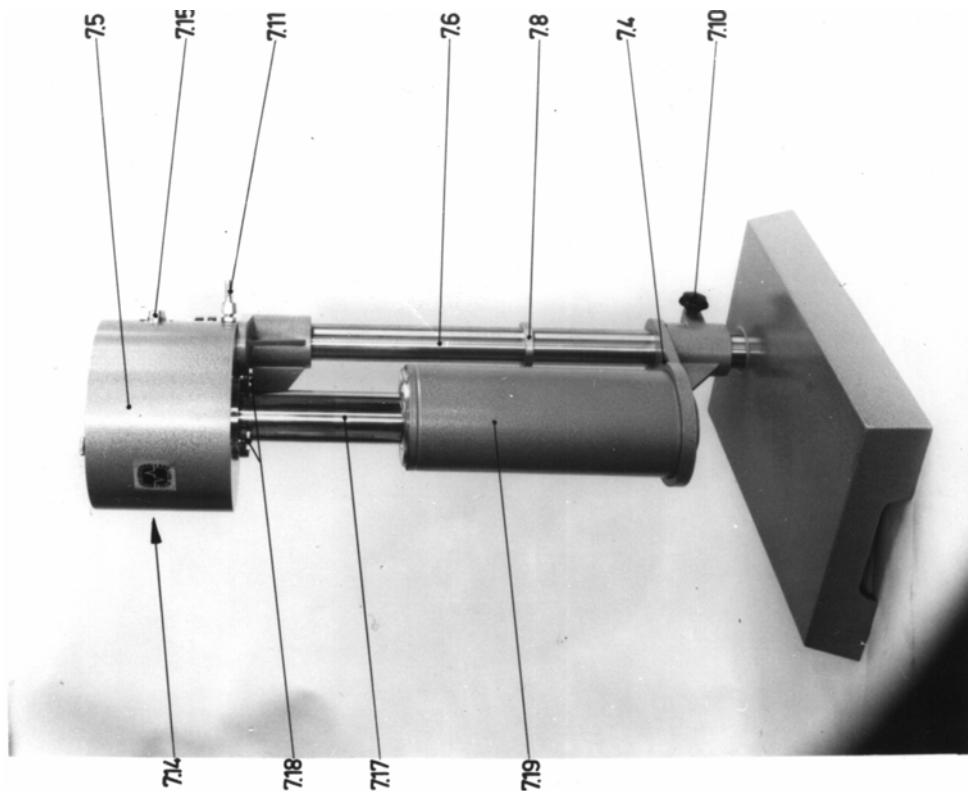


Bild 04T B-1

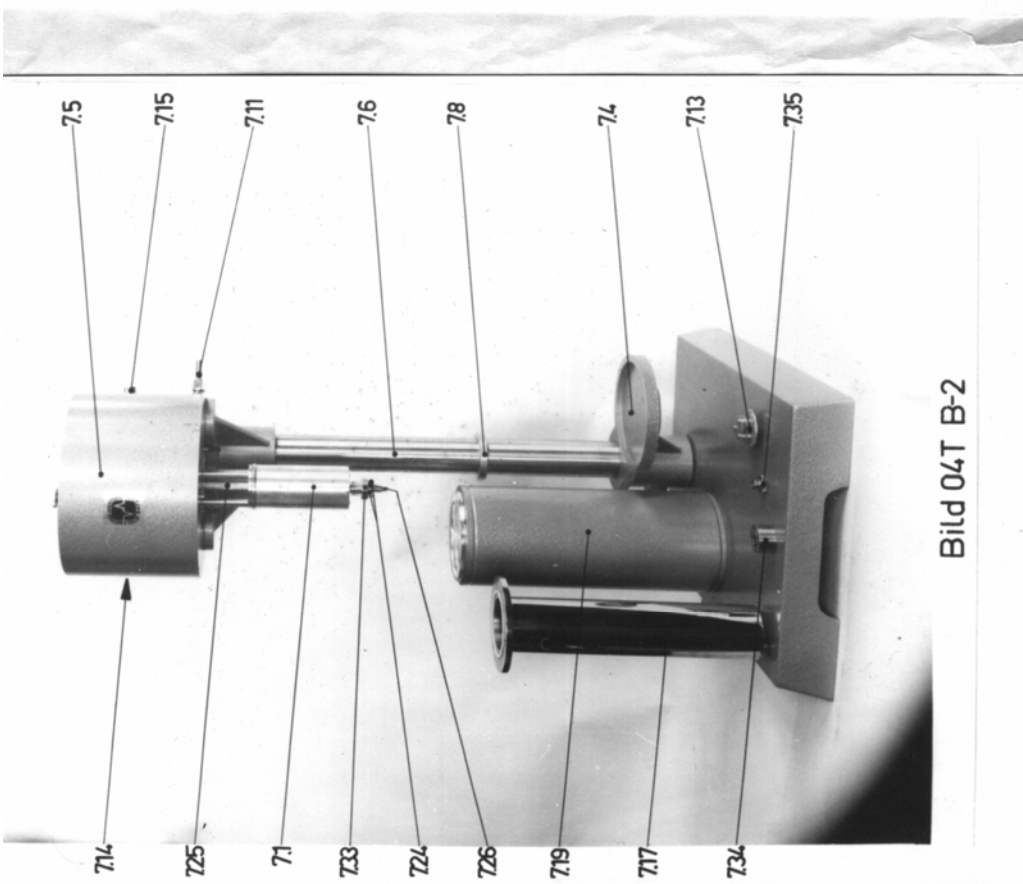


Bild 04T B-2

- Apartat 15.5 Parameter Modbus Addresses del Engineering Handbook Eurotherm PID Temperature Controllers 3100 and 3200 series, Issue 4.0 May-2007.

3100/3200 Series

## 15.5 Parameter Modbus Addresses

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
PV.IN	PV (Temperature) Input Value (see also Modbus address 203 which allows writes over Modbus to this variable).	1
TG.SP	Target Setpoint. <i>NB – do not write continuously changing values to this variable. The memory technology used in this product has a limited (100,000) number of write cycles. If ramped setpoints are required, consider using the internal ramp rate function or the remote comms setpoint (Modbus address 26 )in preference.</i>	2
MAN.OP	Manual Output Value	3
WRK.OP	Working Output	4
WKG.SP	Working Setpoint (Read Only)	5
PB	Proportional Band	6
CTRL.A	Control Action 0 = Reverse Acting 1 = Direct Acting	7
Ti	Integral Time (0 = No Integral Action)	8
Td	Derivative Time (0 = No Derivative Action)	9
RNG.LO	Input Range Low Limit	11
RNG.HI	Input Range High Limit	12
A1.---	Alarm 1 Threshold	13
A2.---	Alarm 2 Threshold	14
SP.SEL	Active Setpoint Select 0 = Setpoint 1 1 = Setpoint 2	15
D.BAND	Channel 2 Deadband	16
cB.Lo	Cutback Low	17
cB.HI	Cutback High	18
R2G	Relative Cool/Ch2 Gain	19
T.STAT	Timer Status 0 = Reset 1 = Run 2 = Hold 3 = End	23
SP1	Setpoint 1 <i>NB – do not write continuously changing values to this variable. The memory technology used in this product has a limited (100,000) number of write cycles. If ramped setpoints are required, consider using the internal ramp rate function or the remote comms setpoint (Modbus address 26 )in preference.</i>	24
SP2	Setpoint 2 <i>NB – do not write continuously changing values to this variable. The memory technology used in this product has a limited (100,000) number of write cycles. If ramped setpoints are required, consider using the internal ramp rate function or the remote comms setpoint (Modbus address 26 )in preference.</i>	25
LOC.t	Local Trim – added to the remote setpoint to compensate for local temperature variations in a control zone.	27
MR	Manual Reset	28
OP.HI	Output High Limit	30
OP.LO	Output Low Limit	31
SAFE	Safe Output Value for Sensor Break or other fault conditions.	34
SP.RAT	Setpoint Rate Limit Value (0 = no rate limit)	35
P.Err	Calculated Error (PV-SP)	39
A1.HYS	Alarm 1 Hysteresis	47
A2.HYS	Alarm 2 Hysteresis	68
A3.HYS	Alarm 3 Hysteresis	69
A4.HYS	Alarm 4 Hysteresis	71
StAt	Instrument Status. This is a bitmap: B0 – Alarm 1 Status B1 – Alarm 2 Status B2 – Alarm 3 Status	75

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	B3 – Alarm 4 Status B4 – Auto/Manual Status B5 – Sensor Break Status B6 – Loop Break Status B7 – CT Low load current alarm status B8 – CT High leakage current alarm status B9 – Program End B10 – PV Overage (by > 5% of span) B11 – CT Overcurrent alarm status B12 – New Alarm Status B13 – Timer/Ramp Running B14 – Remote (comms) SP Fail B15 – Autotune Status In each case, a setting of 1 signifies 'Active', 0 signifies 'Inactive'.	
-	Inverted Instrument Status. This is an inverted (bitwise) version of the preceding parameter and is provided so that scrolling messages can be triggered when a condition is not active. Bit mappings are as the "Instrument Status", Modbus address 75	76
LL.AMP	Load Leakage Current	79
LD.AMP	Load ON Current	80
A3.---	Alarm 3 Threshold	81
A4.---	Alarm 4 Threshold	82
LBT	Loop Break Time	83
F.OP	Forced manual output value	84
F.MOD	Forced manual output mode 0 – None 1 – Step 2 – Last	85
HYST.H	Ch1 On/Off Hysteresis in Eng Units	86
Di.IP	Digital Inputs Status. This is a bitmap: B0 – Logic input 1A B1 – Logic input 1A B2 – Logic input 1B B7 – Power has failed since last alarm acknowledge A value of 1 signifies the input is closed, otherwise it is zero. Values are undefined if options are not fitted or not configured as inputs.	87
HYST.C	Ch2 On/Off Hysteresis in Eng Units	88
FILT.T	Input Filter Time	101
RC.FT	Filter time constant for the rate of change alarm.	102
RC.PV	Calculated rate of change of the temperature or process variable in engineering units per minute.	103
Home	Home Display. 0 – Standard PV and SP display 1 – PV and Output Power display 2 – PV and Time remaining display 3 – PV and Timer elapsed time display 4 – PV and Alarm 1 setpoint 5 – PV and Load Current 6 – PV only 7 – PV and Composite SP/Time remaining 8 – Target setpoint 9 – No PV 10 – PV is not displayed when controller in Standby	106
-	Instrument version number. Should be read as a hexadecimal number, for example a value of 0111 hex is instrument V1.11	107
SP.HI	Setpoint High Limit	111
SP.LO	Setpoint Low Limit	112
-	Instrument type code.	122
ADDR	Instrument Comms Address	131
PV.OFS	PV Offset	141
C.Adj	Calibration Adjust	146

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
IM	Instrument Mode 0 – Auto Mode (normal control) 1 – Manual Mode 2 – Standby Mode	199
MV.IN	Input value in millivolts	202
PV.CM	Comms PV Value. This may be used to write to the Process Variable (temperature) parameter over Modbus when a linearisation type of 'Comms' is selected, allowing the instrument to control to externally derived values. If sensor break is turned on, it is necessary to write to this variable once every 5 seconds. Otherwise a sensor break alarm will be triggered as a failsafe. If this is not required, turn sensor break off.	203
CJC.IN	CJC Temperature	215
SBR	Sensor Break Status (0 = Off, 1 = Active)	258
NEW.AL	New Alarm Status (0 = Off, 1 = Active)	260
LBR	Loop Break (0 = Off, 1 = Active)	263
A.TUNE	Autotune Enable (0 = Off, 1 = Enabled)	270
A-M	Mode of the Loop (0 = Auto, 1 = Manual)	273
Ac.All	Acknowledge all alarms (1 = Acknowledge)	274
L-R	Local Remote (Comms) Setpoint Select	276
	Remote setpoint in percent	277
REM.HI	Remote input high scalar – sets high range for setpoint input, corresponding to 20mA or 10V depending on the input type.	278
REM.LO	Remote input low scalar – sets low range for setpoint input, corresponding to 4mA or 0V depending on the input type.	279
ROP.HI	Sets the high range limit for the retransmitted setpoint. Allows a subset of the setpoint range to be retransmitted, and also allows the 3208/3204 setpoint range meter to display a range indication other than full scale. By default this is set to the setpoint high limit.	280
ROP.LO	Sets the low range limit for the retransmitted setpoint. Allows a subset of the setpoint range to be retransmitted, and also allows the 3208/3204 setpoint range meter to display a range indication other than full scale. By default this is set to the setpoint low limit.	281
A1.STS	Alarm 1 Status (0 = Off, 1 = Active)	294
A2.STS	Alarm 2 Status (0 = Off, 1 = Active)	295
A3.STS	Alarm 3 Status (0 = Off, 1 = Active)	296
A4.STS	Alarm 4 Status (0 = Off, 1 = Active)	297
LD.ALM	Low Load Current Threshold	304
LK.ALM	High Leakage Current Alarm (0 = Off, 1 = Active)	305
HC.ALM	Over Current Alarm Threshold	306
LOAD.A	Load Alarm Status (0 = Off, 1 = Active)	307
LEAK.A	Leak alarm Status.	308
HILC.A	Over Current alarm Status (0 = Off, 1 = Active)	309
REC.NO	Recipe to Recall	313
StOrE	Recipe to Save	314
TM.CFG	Timer type configuration 0 – No Timer 1 – Dwell Timer 2 – Delay Timer 3 – Soft Start Timer 10 – Programmer (Programmer Option only)	320
TM.RES	Timer Resolution 0 – Hours:Mins 1 – Mins:Secs	321
SS.SP	Soft Start Setpoint	322
SS.PWR	Soft Start Power Limit	323
DWELL	Requested Timer Duration	324
T.ELAP	Elapsed Time	325
T.REMN	Time Remaining	326
THRES	Timer Start threshold	327
End.T	Timer End Type 0 – Off 1 – Dwell at current setpoint	328



Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	2 - Transfer to Setpoint 2 and dwell 3 - Reset programmer when the program ends	
SERVO	'Servo' Mode (programmer option only) 0 - Start first ramp from current Working Setpoint. Program must be restarted after power failure 1 - Start first ramp from current PV (temperature). Program must be restarted after power failure 2 - Start first ramp from current Working Setpoint. Program will continue to run after power failure 3 - Start first ramp from current PV (temperature). Program must be restarted after power failure	329
EVENT	Event outputs	331
P.CYCL	Number of program cycles	332
CYCLE	Currently running program cycle	333
CTRLH	Heat/Ch1 Control Type 0 - Off 1 - On/Off Control 2 - PID Control 3 - mtr Valve Position Control	512
CTRLC	Cool/Ch2 Control Type 0 - Off 1 - On/Off Control 2 - PID Control	513
PB.UNT	Proportional Band Units 0 - Engineering Units 1 - Percent of Span	514
MTR.T	Motor Travel Time	21
Lev2.P	Level 2 Code	515
UNITS	Display Units 0 - Degrees C 1 - Degrees F 2 - Kelvin 3 - None 4 - Percent	516
Lev3.P	Level 3 Code	517
Conf.P	Config Code	518
Cold	If set to 1 instrument will reset to factory defaults on next reset or power cycle.	519
PASS.C	Feature passcode C	520
PASS.2	Feature passcode 2	521
COOLt	Cooling Algorithm Type: 0 - Linear 1 - Oil 2 - Water 3 - Fan	524
DEC.P	Decimal Point Position 0 - XXXX. 1 - XXX.X 2 - XX.XX	525
STBY.T	Standby Type 0 - Absolute Alarm Outputs Active - others off 1 - All outputs inactive	530
RAMP UNITS	0 - Ramp per Minute 1 - Ramp per Hour 2 - Ramp per Second	531
Meter	(3208/3204 Only). Ammeter configuration 0 - No ammeter 1 - Heat Output (0-100%) 2 - Cool Output (0-100% cooling) 3 - Working Setpoint (scaled within SP limits) 4 - PV (scaled within range) 5 - Output Power (scaled within Op Low and OP High limits) 6 - Output centered between -100% and 100% 7 - Error (PV-SP) (scaled between +/- 10 degrees)	532

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	8 – Instantaneous Amps (scaled 0 to CT Span) 9 – Load Current (scaled 0 to CT Span)	
uCAL	User Calibration Enable	533
A1.TYP	Alarm 1 Type 0 – Off 1 – Absolute High 2 – Absolute Low 3 – Deviation High 4 – Deviation Low 5 – Deviation Band	536
A2.TYP	Alarm 2 Type (as Alarm 1 Type)	537
A3.TYP	Alarm 3 Type (as Alarm 1 Type)	538
A4.TYP	Alarm 4 Type (as Alarm 1 Type)	539
A1.LAT	Alarm 1 Latching Mode 0 – No latching 1 – Latch - Automatic Reset 2 – Latch – Manual Reset	540
A2.LAT	Alarm 2 Latching Mode (as Alarm 1 Latching Mode)	541
A3.LAT	Alarm 3 Latching Mode (as Alarm 1 Latching Mode)	542
A4.LAT	Alarm 4 Latching Mode (as Alarm 1 Latching Mode)	543
A1.BLK	Alarm Blocking Mode Enable (0 = OFF, 1 = BLOCK)	544
A2.BLK	Alarm Blocking Mode Enable (0 = OFF, 1 = BLOCK)	545
A3.BLK	Alarm Blocking Mode Enable (0 = OFF, 1 = BLOCK)	546
A4.BLK	Alarm Blocking Mode Enable (0 = OFF, 1 = BLOCK)	547
Di.OP	Digital Outputs Status. This is a bitmap: B0 – Output 1A B1 – Output 2A B2 – Output 3 on 32h8 and 3208 controllers B3 – Output 4/AA  It is possible to write to this status word to use the digital outputs in a telemetry output mode. Only outputs whose function is set to 'none' are affected, and the setting of any bits in the Digital Output Status word will not affect outputs used for heat (for example) or other functions. Thus it is not necessary to mask in the settings of these bits when writing to this variable.	551
OFS.HI	Adjust High Offset	560
OFS.LO	Adjust Low Offset	561
PNT.HI	Adjust High Point	562
PNT.LO	Adjust Low Point	563
CT.RNG	CT Range	572
Sb.tyP	Sensor Break Type 0 – No Sensor Break 1 – Non-Latching Sensor Break 2 – Latching Sensor Break	578
Id	Customer ID – May be set to any value between 0-9999 for identification of instruments in applications. Not used by the instrument itself.	629
PHASE	Calibration Phase 0 – None 1 – 0 mv 2 – 50 mv 3 – 150 Ohm 4 – 400 Ohm 5 – CJC 6 – CT 0 mA 7 – CT 70 mA 8 – Factory Defaults	768

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	9 – Output 1 mA low cal 10 – Output 1 mA high cal 11 – Output 2 mA low cal 12 – Output 2 mA high cal 13 – Output 3 ma low cal (3208/3204 only) 14 – Output 3 ma high cal (3208/3204 only) 15 – Remote setpoint input low volts 16 – Remote setpoint input high volts 17 – Remote setpoint input low current 18 – Remote setpoint input high current	
GO	Calibration Start 0 – No 1 – Yes (start cal) 2 – Cal Busy 3 – Cal Pass 4 – Cal Fail Note values 2-4 cannot be written but are status returns only	769
-	Analogue Output Calibration Value	775
K.LOC	Allows instrument to be locked via a key/digital input 0 – unlocked, 1 – all keys locked 2 – Edit keys (raise and lower) disabled 3 – Mode key disabled 4 – Manual mode disabled 5 – Enter standby mode when Mode combination pressed 6 – Timer keys disabled	1104
Dwel.1	Programmer Dwell 1 Duration	1280
TSP.1	Programmer Target Setpoint 1	1281
RMP.1	Programmer Ramp Rate 1	1282
Dwel.2	Programmer Dwell 2 Duration	1283
TSP.2	Programmer Target Setpoint 2	1284
RMP.2	Programmer Ramp Rate 2	1285
Dwel.3	Programmer Dwell 3 Duration	1286
TSP.3	Programmer Target Setpoint 3	1287
RMP.3	Programmer Ramp Rate 3	1288
Dwel.4	Programmer Dwell 4 Duration	1289
TSP.4	Programmer Target Setpoint 4	1290
RMP.4	Programmer Ramp Rate 4	1291
IN.TYP	Input Sensor Type 0 – J Type Thermocouple 1 – K Type Thermocouple 2 – L Type Thermocouple 3 – R Type Thermocouple 4 – B Type Thermocouple 5 – N Type Thermocouple 6 – T Type Thermocouple 7 – S Type Thermocouple 8 – RTD 9 – millivolt 10 – Comms Input (see Modbus address 203) 11 – Custom Input (Downloadable)	12290
CJ.tyP	CJC Type 0 – Auto 1 – 0 Degrees C 2- 50 Degrees C	12291
mV.HI	Linear Input High	12306
mV.LO	Linear Input Low	12307
L.TYPE	Logic Input A channel hardware type 0 – None	12352

## 3100/3200 Series

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	1 – Logic Inputs	
L.D.IN	Logic input A function 40 – None 41 – Acknowledge all alarms 42 – Select SP1/2 43 – Lock All Keys 44 – Timer Reset 45 – Timer Run 46 – Timer Run/Reset 47 – Timer Hold 48 – Auto/Manual Select 49 – Standby Select 50 – Remote setpoint 51 – Recipe select through IO1 52 – Remote key UP 53 – Remote key DOWN	12353
L.SENS	Configures the polarity of the logic input channel A (0 = Normal, 1 = Inverted)	12361
L.TYPE (LB)	Logic Input B channel hardware type (3208/3204 only) 0 – None 1 – Logic Inputs	12368
L.D.IN (LB)	Logic input B function (3208/3204 only) 40 – None 41 – Acknowledge all alarms 42 – Select SP1/2 43 – Lock All Keys 44 – Timer Reset 45 – Timer Run 46 – Timer Run/Reset 47 – Timer Hold 48 – Auto/Manual Select 49 – Standby Select 50 – Remote setpoint 51 – Recipe select through IO1 52 – Remote key UP 53 – Remote key DOWN	12369
L.SENS (LB)	Configures the polarity of the logic input channel B (0 = Normal, 1 = Inverted) (3208/4 only)	12377
ID	Comms Module Type 0 – None 1 – EIA232 2 – EIA232 3 – EIA232 4 – Remote setpoint input	12544
BAUD	Baud Rate 0 – 9600 1 – 19200 2 – 4800 3 – 2400 4 – 1200	12548
PRTY	Parity setting 0 – None 1 – Even 2 – Odd	12549
DELAY	RX/TX Delay – (0 = no delay, 1 = delay) Select if a delay is required between received and transmitted comms messages. Sometimes required when intelligent EIA232 adaptors are used.	12550
RETRN	Comms Retransmission Variable selection: 0 – Off 1 – Working Setpoint 2 – PV 3 – Output Power 4 – Error	12551

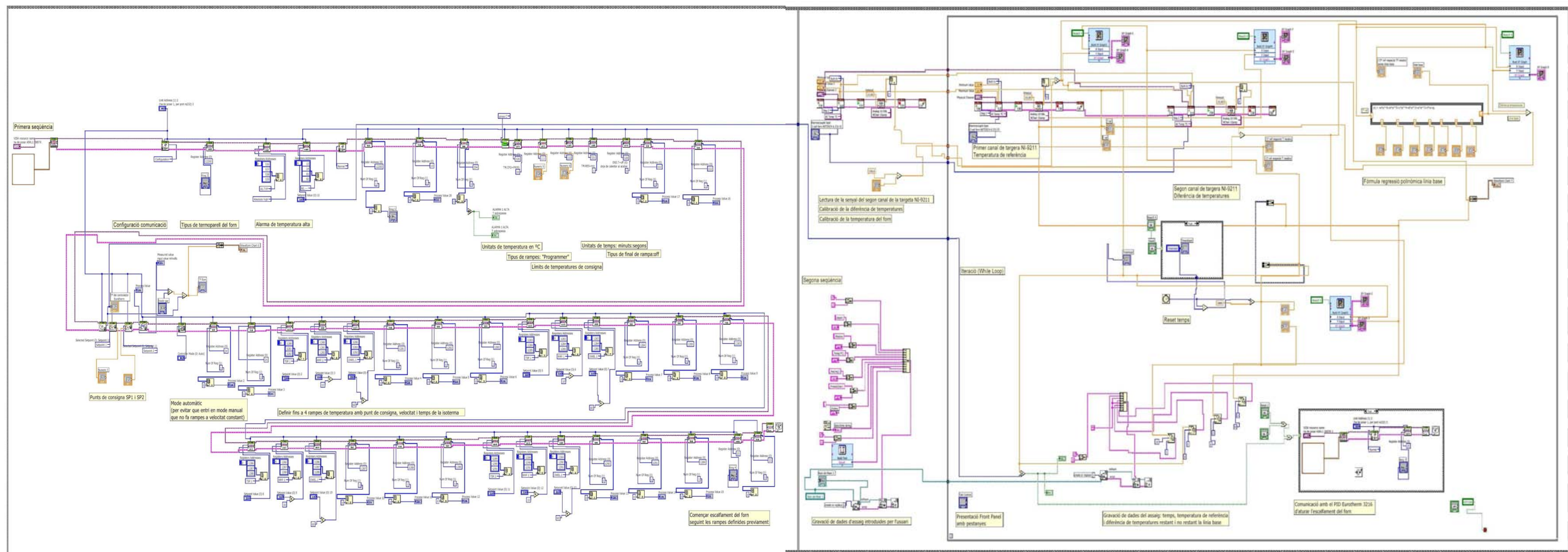
Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
REG.AD	Modbus register address to broadcast retransmission to. For example if you wish to retransmit the working setpoint from one 3200 to a group of slaves, and receive the master working setpoint into the slaves' remote setpoint, set this variable to 26 (the address of the remote setpoint in the slave units).	12552
Ct.Id	Current Transformer	12608
CT.SRC	CT Source 0 – None 1 – IO1 2 – OP2 8 – AA (OP4)	12609
CT.LAT	CT Alarm Latch Type 0 – No latching 1 – Latch – Automatic Reset 2 – Latch – Manual Reset	12610
1.ID	IO channel 1 hardware type 0 – None 1 – Relay 2 – Logic I/O 3 – DC OP 4 – Triac (SSR)	12672
1.D.IN	IO1 Digital input function Logic input function 40 – None 41 – Acknowledge all alarms 42 – Select SP1/2 43 – Lock All Keys 44 – Timer Reset 45 – Timer Run 46 – Timer Run/Reset 47 – Timer Hold 48 – Auto/Manual Select 49 – Standby Select 50 – Remote setpoint 51 – Recipe select through IO1 52 – Remote key UP 53 – Remote key DOWN	12673
1.Func	I/O Channel Function 0 – None (or Telemetry Output) 1 – Digital Output 2 – Heat or UP if valve position 3 – Cool or DOWN if valve position 4 – Digital Input 10 – DC Output no function 11 – DC Output Heat 12 – DC Output Cool 13 – DC Output WSP retransmission 14 – DC Output PV retransmission 15 – DC Output OP retransmission	12675
1.RNG	IO Channel 1 DC Output Range 0 – 0-20mA 1 – 4-20mA	12676
1.SRC.A	IO Channel 1 Source A 0 – None 1 – Alarm 1 2 – Alarm 2 3 – Alarm 3 4 – Alarm 4 5 – All Alarms (1-4) 6 – New Alarm 7 – CT Alarm (Load, Leak or Overcurrent) 8 – Loop Break Alarm 9 – Sensor Break Alarm	12678

Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
	10 – Timer End (or Not Ramping) 11 – Timer Run (or Ramping) 12 – Auto/Manual 13 – Remote fail 14 – Power fail 15 – Programmer event	
1.SRC.B	IO Channel 1 Source B As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12679
1.SRC.C	IO Channel 1 Source C As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12680
1.SRC.D	IO Channel 1 Source D As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12681
1.SENS	Configures the polarity of the input or output channel (0 = Normal, 1 = Inverted)	12682
1.PLS	IO1 Time proportioning Output minimum pulse time	12706
2.ID	Output 2 Type 0 – None 1 – Relay 2 – Logic Output 3 – DC OP 4 – Triac (SSR)	12736
2.FUNC	Output 2 Channel function 0 – None (or Telemetry Output) 1 – Digital Output 2 – Heat or UP if valve position 3 – Cool or DOWN if valve position 10 – DC Output no function 11 – DC Output Heat 12 – DC Output Cool 13 – DC Output WSP retransmission 14 – DC Output PV retransmission 15 – DC Output OP retransmission	12739
2.RNG	IO Channel 2 DC Output Range 0 – 0-20mA 1 – 4-20mA	12740
2.SRC.A	Output 2 source A As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12742
2.SRC.B	Output 2 source B As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12743
2.SRC.C	Output 2 source C As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12744
2.SRC.D	Output 2 source D As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12745
2.SENS	Output 2 Polarity (0 = Normal, 1 = Inverted)	12746
2.PLS	Output 2 Time proportioning Output minimum pulse time	12770
3.ID	Output 3 Type 0 – None 1 – Relay 2 – 3 – DC OP	12800
3.FUNC	Output 3 Channel function 0 – None (or Telemetry Output) 1 – Digital Output 2 – Heat or UP if valve position 3 – Cool or DOWN if valve position 10 – DC Output no function 11 – DC Output Heat 12 – DC Output Cool 13 – DC Output WSP retransmission 14 – DC Output PV retransmission 15 – DC Output OP retransmission	12803



Parameter Mnemonic	Parameter Name	Modbus Address
3.RNG	IO Channel 3 DC Output Range 0 – 0-20mA 1 – 4-20mA	12804
3.SRC.A	Output 3 source A As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12806
3.SRC.B	Output 3 source B As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12807
3.SRC.C	Output 3 source C As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12808
3.SRC.D	Output 3 source D As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	12809
3.SENS	Output 3 Polarity (0 = Normal, 1 = Inverted)	12810
3.PLS	Output 3 Time proportioning Output minimum pulse time	12834
4.TYPE	Output AA Type 0 – None 1 – Relay	13056
4.FUNC	Output 4 Channel function 0 – None (or Telemetry Output) 1 – Digital Output 2 – Heat or UP if valve position 3 – Cool or DOWN if valve position	13059
4.SRC.A	Output AA source A As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	13062
4.SRC.B	Output AA source B As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	13063
4.SRC.C	Output AA source C As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	13064
4.SRC.D	Output AA source D As IO Channel 1 Source A (Modbus address 12678)	13065
4.SENS	Output Polarity (0 = Normal, 1 = Inverted)	13066
4.PLS	Output AA Time proportioning Output minimum pulse time	13090

- Diagrama de blocs (Block Diagram) del programa informàtic.



Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

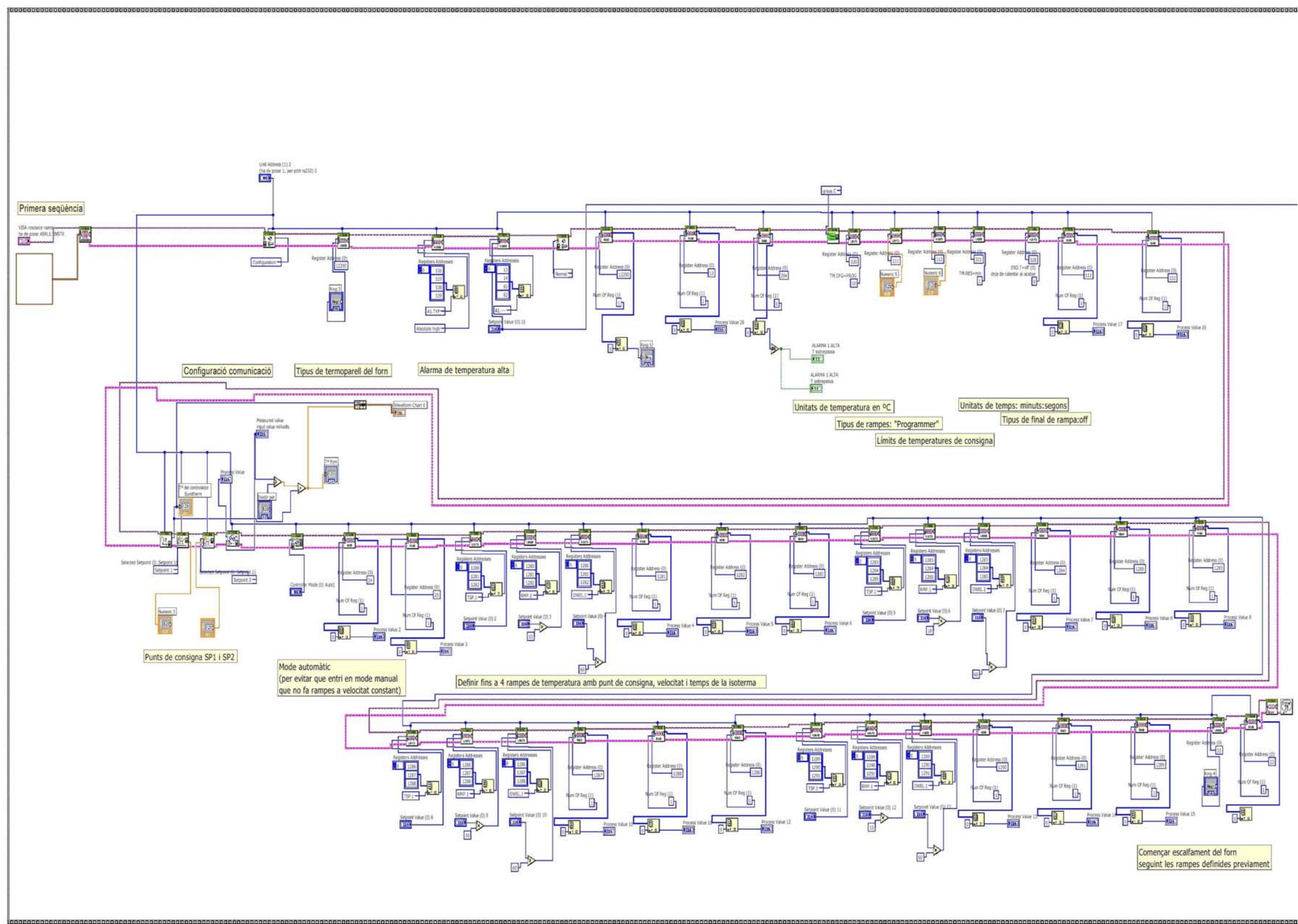
A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)

Vista:

AB

Tot el diagrama de blocs

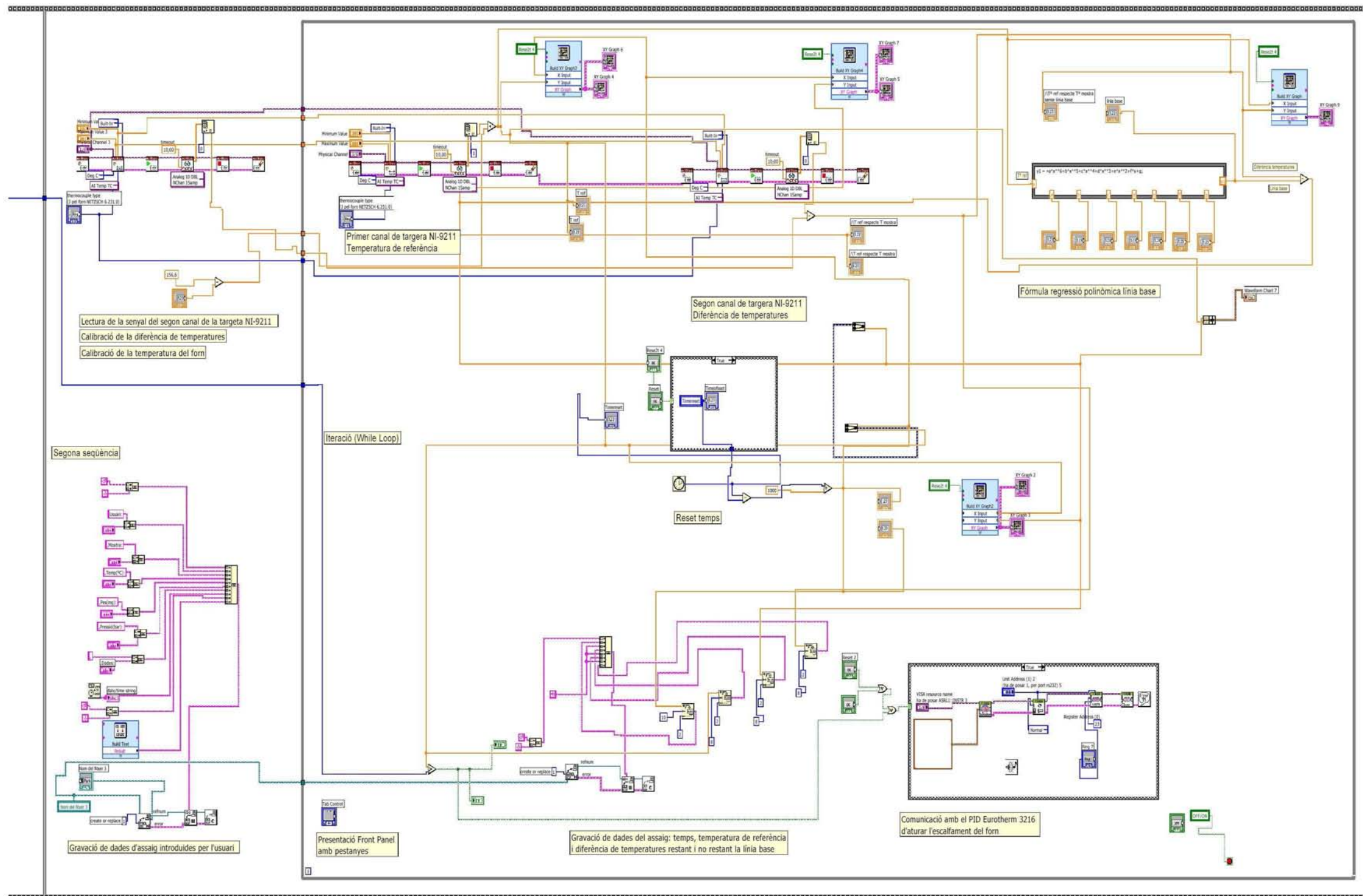


Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Primera seqüència
A	Programació del controlador Eurotherm 3216
	Vista general





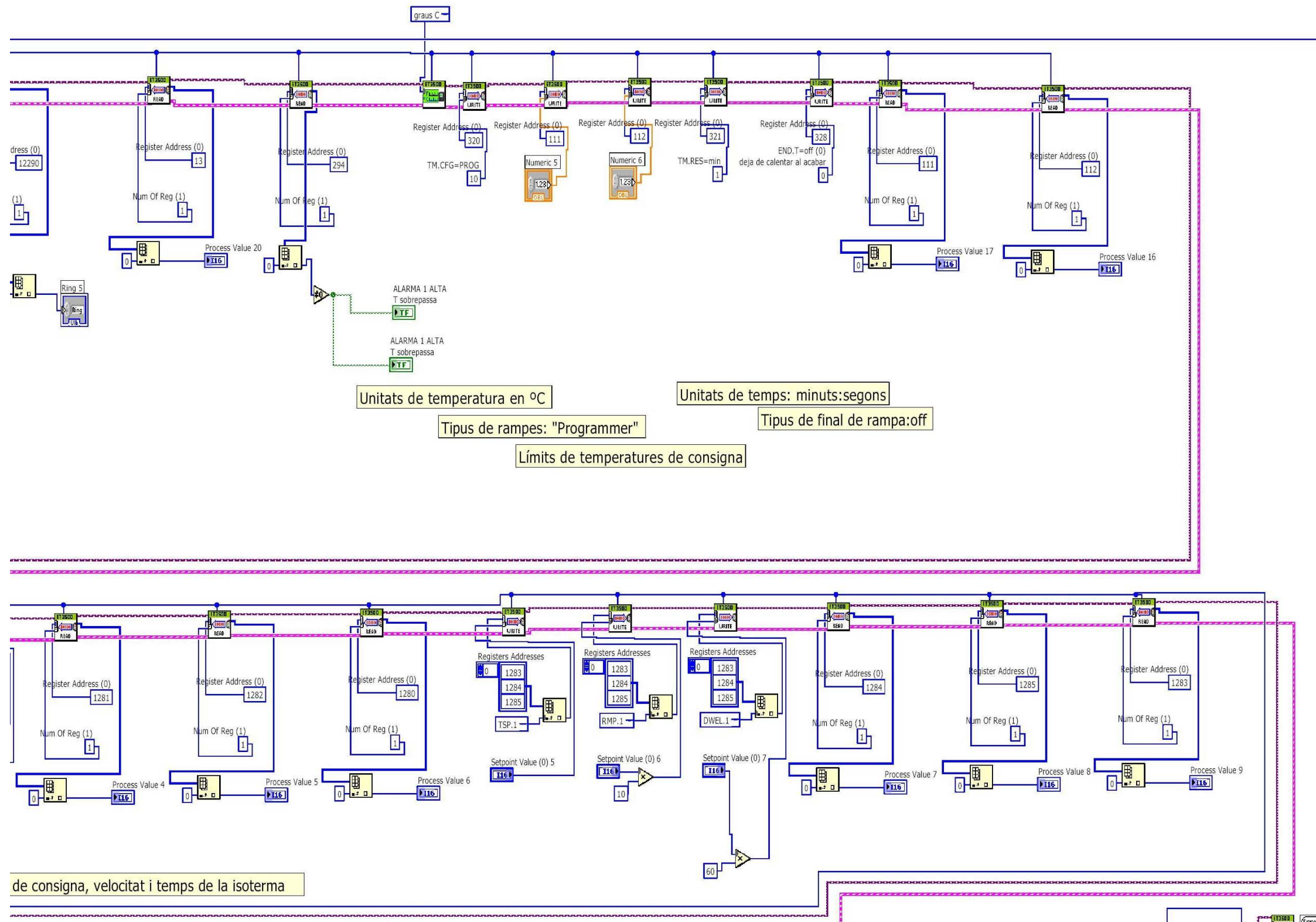
Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Segona seqüència Programació del DTA
B	Vista general





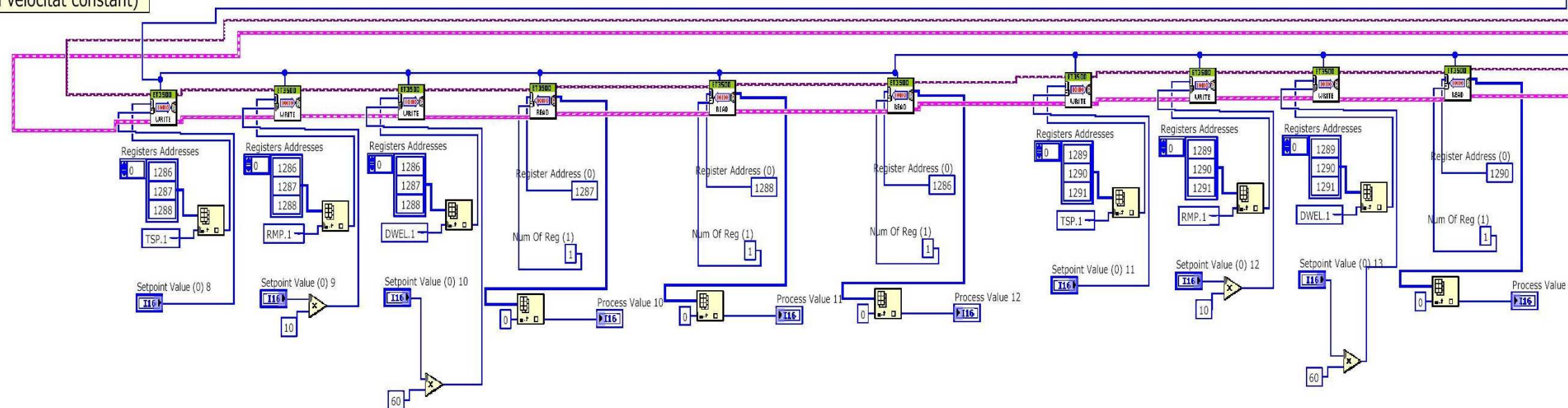
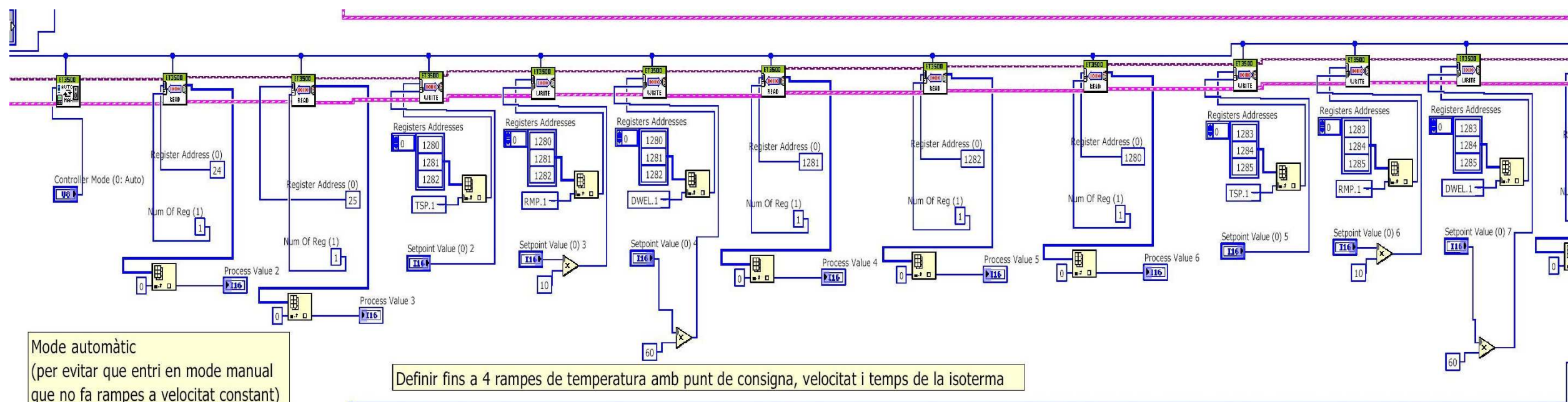


de consigna, velocitat i temps de la isoterma

Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Primera seqüència
A2	Programació del controlador Eurotherm 3216
	Vista de ¼ part

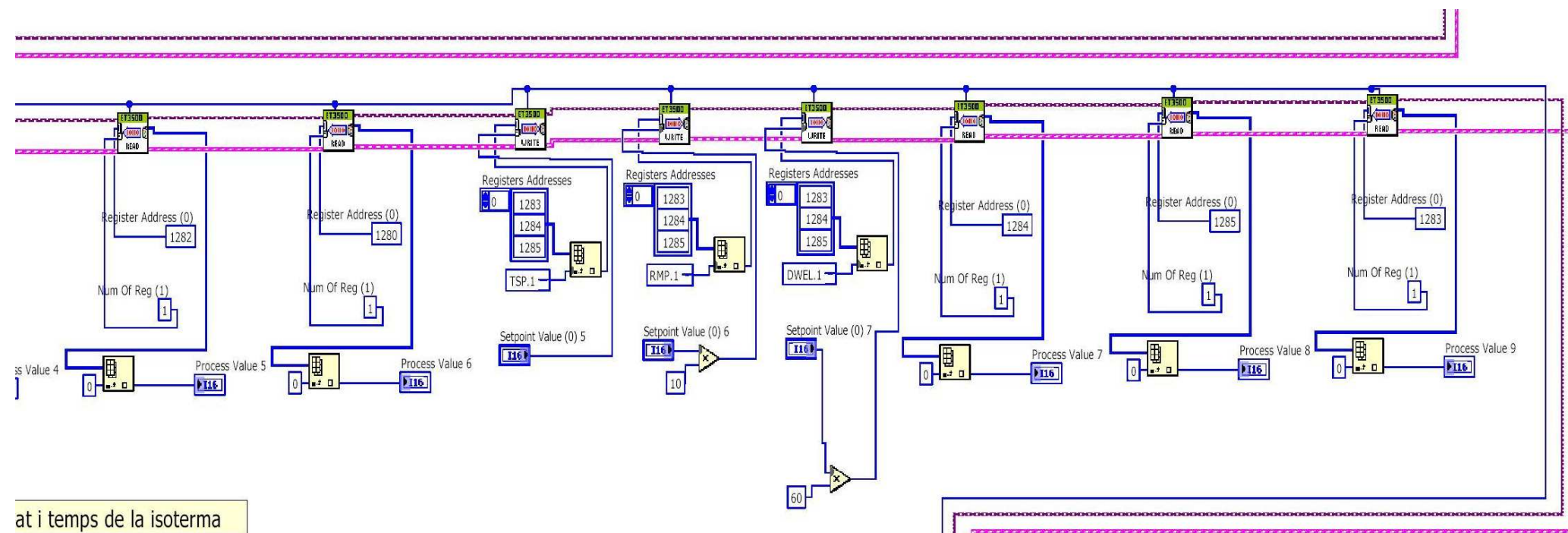


Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

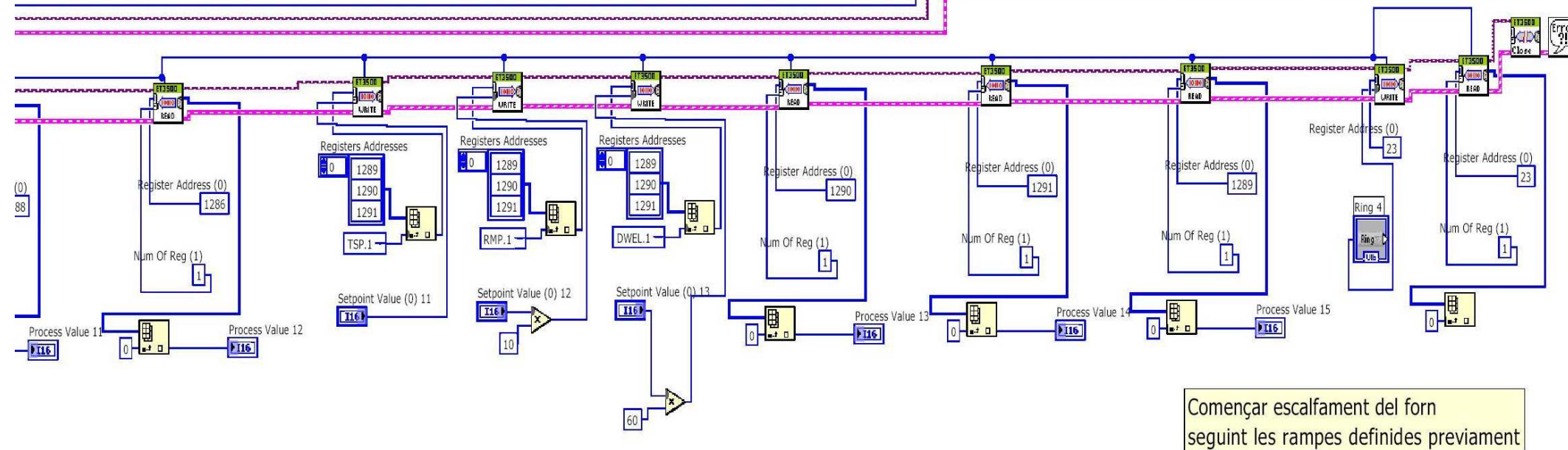
A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Primera seqüència Programació del controlador Eurotherm 3216
A3	Vista de ¼ part





at i temps de la isoterma



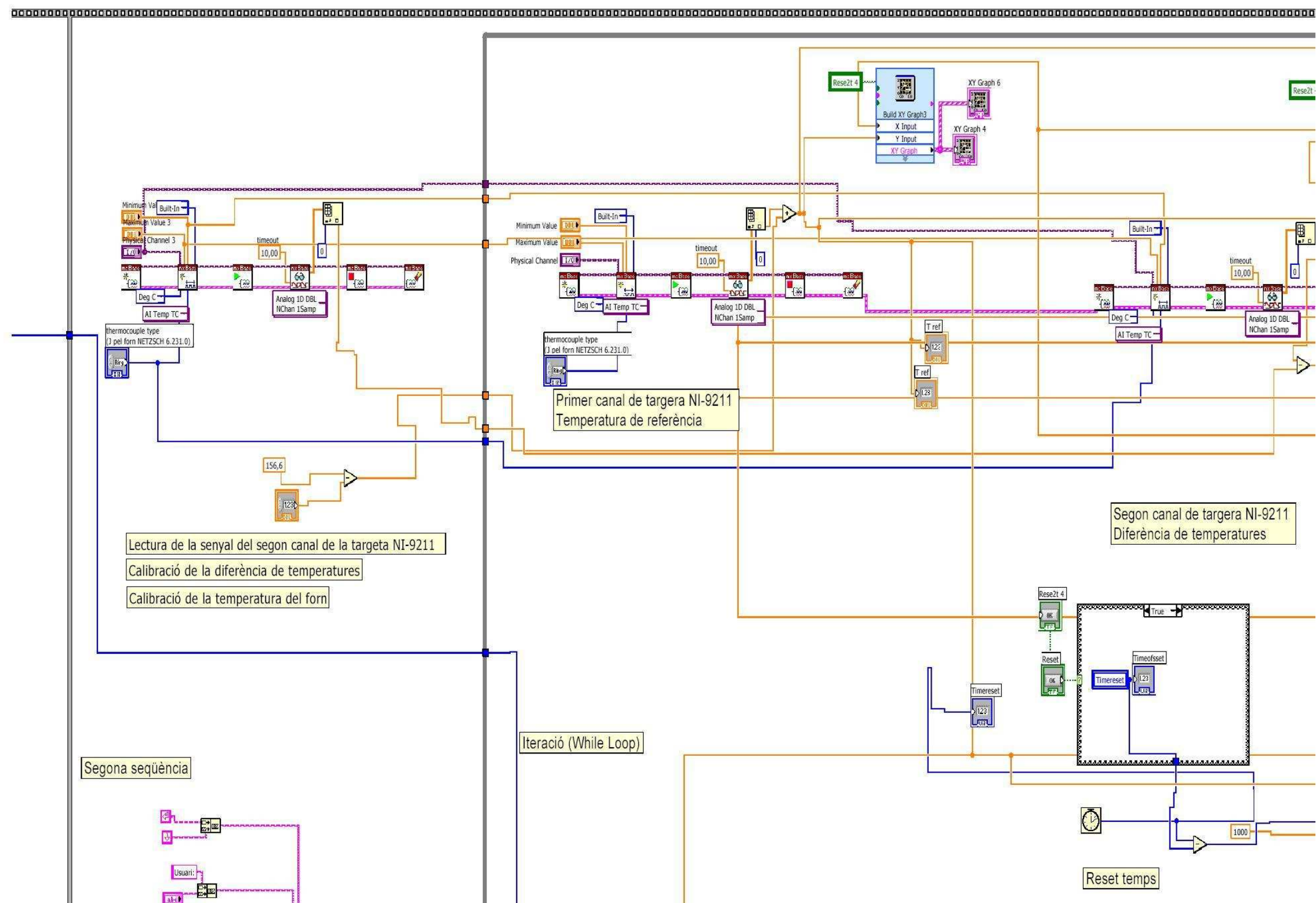
Començar escalfament del forn  
seguint les rampes definides prèviament

Diagrama de blocs (Block Diagram)

Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Primera seqüència Programació del controlador Eurotherm 3216 Vista de ¼ part
A4	

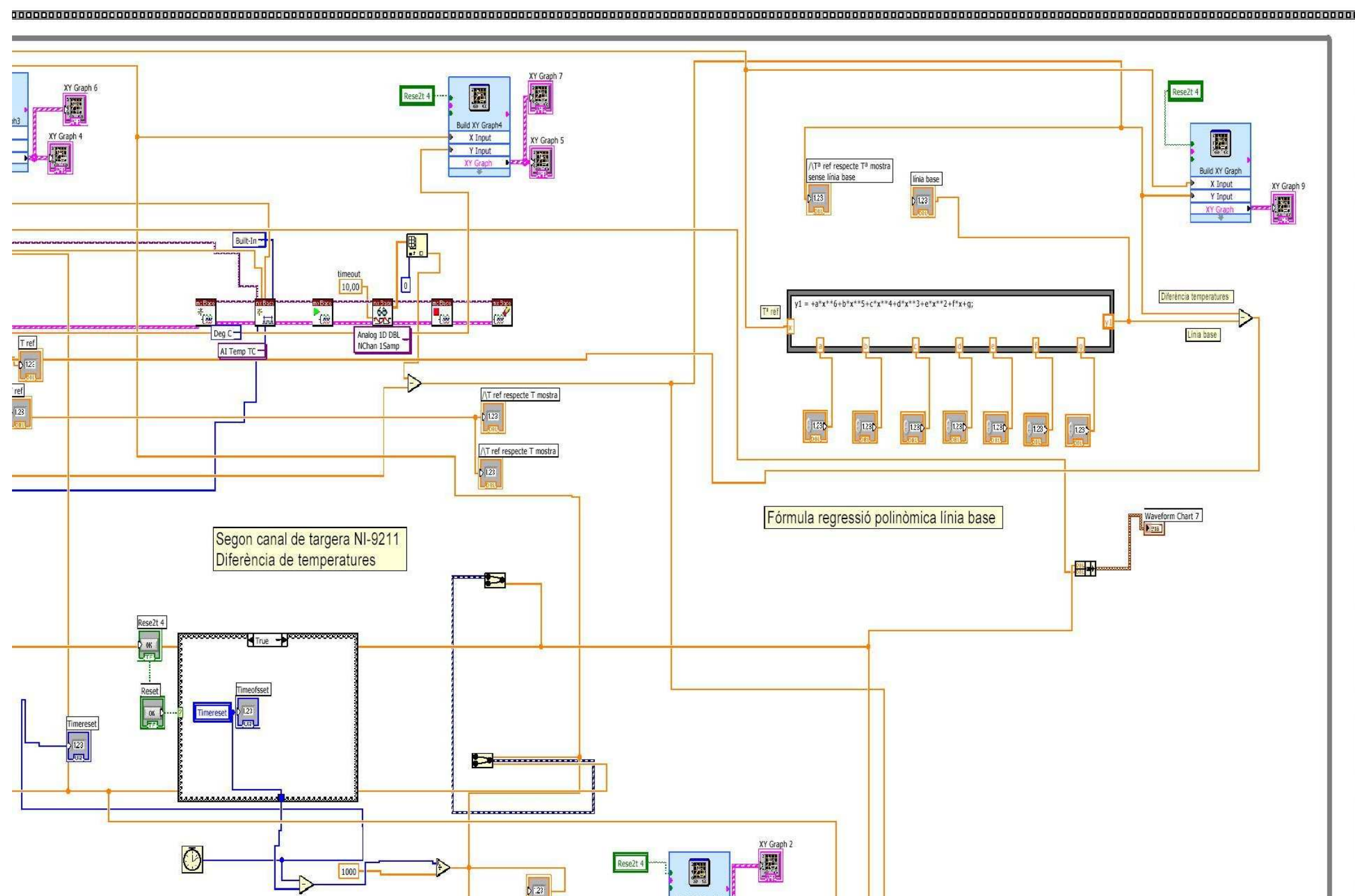


Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Segona seqüència
B1	Programació del DTA
	Vista de ¼ part





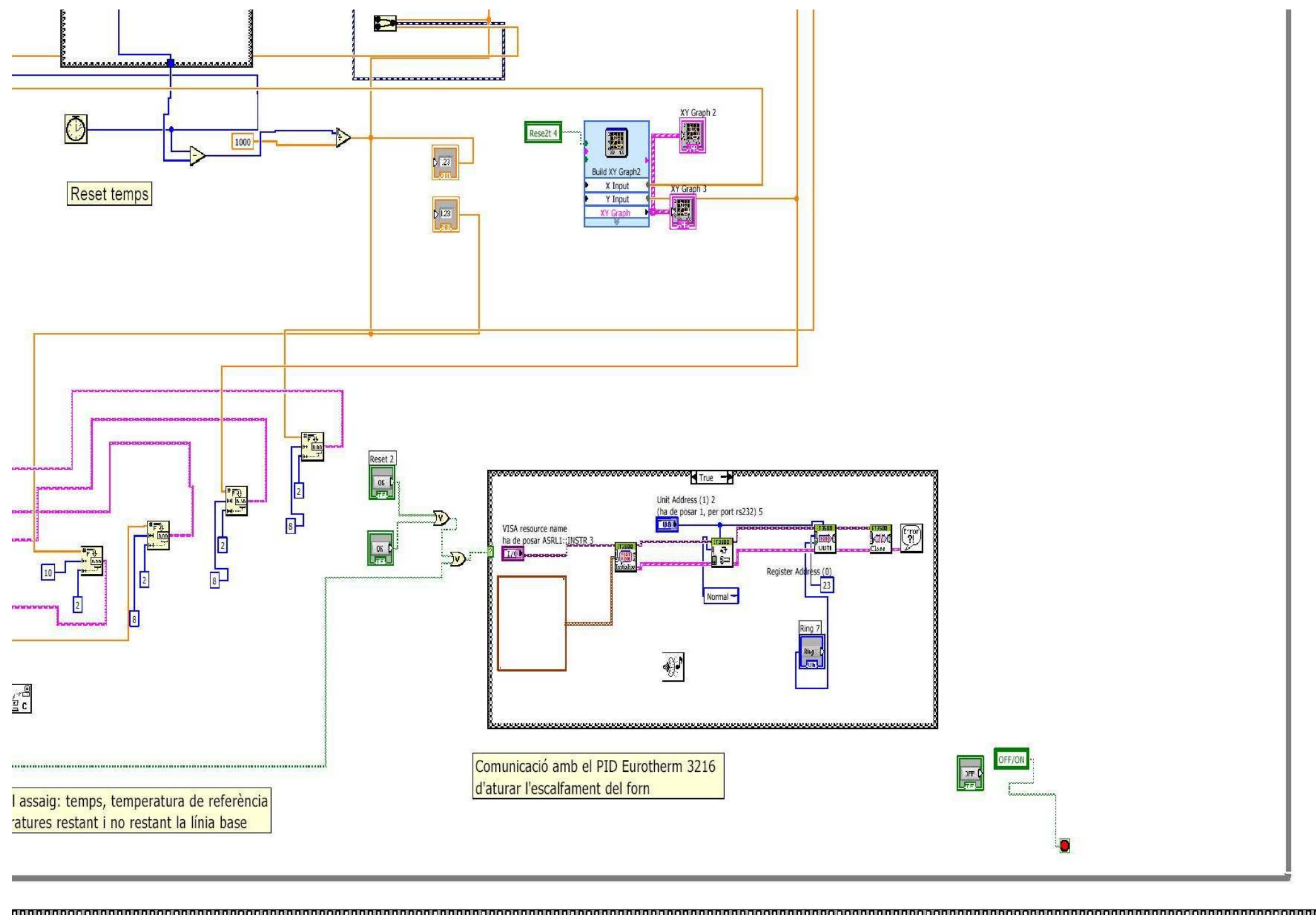
Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Segona seqüència Programació del DTA
B2	Vista de ¼ part







Divisió del diagrama de blocs,  
per identificar cada vista:

A1	A2	B1	B2
A3	A4	B3	B4

Diagrama de blocs (Block Diagram)	
Vista:	Segona seqüència Programació del DTA
B4	Vista de 1/4 part